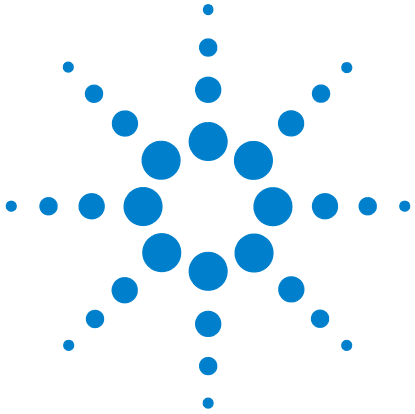
沪制01150234号



Agilent 7820A
ガスクロマトグラフ

トラブルシューティング

Agilent Technologies

注意

© Agilent Technologies, Inc. 2011

このマニュアルの内容は米国著作権法および国際著作権法によって保護されており、Agilent Technologies, Inc. の書面による事前の許可なく、このマニュアルの一部または全部をいかなる形態（電子データやデータの抽出または他国語への翻訳など）あるいはいかなる方法によっても複製することが禁止されています。

マニュアル番号

G4350-90015

エディション

第 3 版、2011 年 7 月
第 2 版、2010 年 6 月
第 1 版、2007 年 3 月

Printed in China

Agilent Technologies (Shanghai) Co., Ltd.
412 Ying Lun Road Waigaoqiao Free Trade Zone Shanghai 200131 P.R. China

安捷伦科技 （上海）有限公司 上海市浦东新区外高桥保税区 英伦路 412 号
联系电话：（800）820 3278

保証

このマニュアルの内容は「現状のまま」提供されることを前提としており、将来の改訂版で予告なく変更されることがあります。また、Agilent は適用される法律によって最大限許される範囲において、このマニュアルおよびそれに含まれる情報に関し、商品の適格性や特定用途に対する適合性への暗黙の保障を含み、また、それに限定されないすべての保証を明示的か暗黙的かを問わず、一切いたしません。Agilent は、このマニュアルまたはこのマニュアルに記載されている情報の提供、使用または実行に関連して生じた過誤、付随的損害あるいは間接的損害に対する責任を一切負いません。Agilent とお客様の間に書面による別の契約があり、このマニュアルの内容に対する保証条項がここに記載されている条件と矛盾する場合は、別に合意された契約の保証条項が適用されます。

安全にご使用いただくために

注意

注意は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、製品を破損や重要なデータの損失にいたるおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、注意を無視して先に進んではなりません。

警告

警告は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、人身への傷害または死亡にいたるおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、警告を無視して先に進んではなりません。

目次

1 コンセプトと通常の作業

コンセプト 10
このマニュアルを使用したトラブルシューティング 10
ソフトウェアキーパッド 10
[Status] キー 10
エラー状態 11

コンフィグレーション可能な項目を常に最新の状態に保つ 12
注入口と検出器のコンフィグレーション 12
カラムのコンフィグレーション 12
オートサンプラのコンフィグレーション 12
ガスのコンフィグレーション 13

ランログおよびイベントログの表示 14
ランログ 14
イベントログ 14

修理の問い合わせをする前に 15

2 ALS および検出器の現象

プランジャエラー 18
手順 18

7693A インジェクタタワーの位置合わせライトがオン 19

注入口への注入時にシリンジニードルが曲がる 20

FID が漏れ電流テストに不合格 21
考えられる原因 21
手順 21

NPD が漏れ電流テストに不合格 22

FID がベースラインテストに不合格 23

FID の感度低下を解決する 24

FID が点火しない 25

点火シーケンス時に FID イグナイタが点灯しない 26

FID コレクタおよびイグナイタグロープラグの腐食 27

FPD が点火しない 28

NPD のオフセット調整中にエラーが発生する 30

NPD ビードが点火しない 31

（不良）デバイスのシャットダウン 32

3 クロマトグラムに関する現象

リテンションタイムの再現性が悪い 34

ピーク面積の再現性が悪い 35

汚染またはキャリーオーバー 36

汚染源の特定 36

考えられる原因（注入口と検出器のすべての組み合わせ）の確認 36

予想よりもピークが大きい 39

ピークが表示されない / ピークがない 40

オーブン温度プログラム時のベースライン上昇 41

ピークの分離度が低い 42

ピークのテーリング 43

NPD ピークテーリング 44

ピークの沸点または分子量ディスクリミネーションの悪化 45

注入口がスプリットモードの場合（任意の検出器） 45

注入口がスプリットレスモードの場合（任意の検出器） 45

注入口でのサンプル分解 / あるべきピークがない 46

ピークのリーディング 47

うねり、ドリフト、およびベースラインスパイクを含む、検出器のノイズ 48

ベースラインのノイズ 48

ベースラインのうねりとドリフト 50

ベースラインスパイク 51

マイクロ電子捕獲型検出器（uECD）のノイズと感度 53

シグナル評価の表示 53

感度 55

汚染（高ベースライン） 56

ピーク面積が小さい、または高さが低い（感度低下） 57

FID の感度低下を解決する 58

分析時に FID フレームが消え、再点火する 60

FID ベースラインシグナルが 20 pA 以上になった 62

FID ベースライン出力が最大（～ 800 万） 63

分析時に FPD フレームが消え、再点火を試みる 64

FPD クエンチング / 再現性 65

FPD 出力が高すぎるか、または低すぎる 66

FPD ピーク面積が小さい 67

FPD ピーク半値幅が大きい 68
FPD ベースライン出力が高い、20 pA 以上 69
FPD クロマトグラフでピークが短縮される 70
NPD 溶媒クエンチング 71
NPD の感度が低い 72
NPD ベースライン出力が 800 万以上 73
NPD のオフセット調整が正しく機能しない 74
NPD の選択性が悪い 75
TCD でマイナスピークが表示される 76
TCD ベースラインに振幅ノイズテーリングピークがある（ベースラインの振幅ノイズ） 77
TCD ピークのテールにマイナスのくぼみがある 78

4 GC ノットレディに関する現象

GC がレディにならない 80
流量がレディにならない 81
オーブン温度が下がらない / 下がり方が非常に遅い 82
オーブン温度が上がらない 83
温度がレディにならない 84
流量または圧力を設定できない 85
ガスが設定圧力または設定流量に達しない 86
ガスが設定圧力または設定流量を超える 87
注入口の圧力または流量が変動する 88
スプリット注入口の設定圧力を維持できず、圧力が上昇する 89
カラム流量の測定値が表示流量と異なる 90
FID が点火しない 91
点火シーケンス時に FID イグナイタが点灯しない 92
FID または NPD で測定された水素ガスとメークアップガス流量が設定値より大幅に少ない 93
NPD のオフセット調整中にエラーが発生する 94
FPD が点火しない 95
バルブがノットレディ 97
ガスサンプリングバルブ 97

5 シャットダウンに関する現象

カラムのシャットダウン 100

水素のシャットダウン 101

加熱部シャットダウン 103

6 GC の電源オンおよび通信に関する現象

GC がオンにならない 106

PC が GC と通信できない 107

GC がオンになっても、起動中に停止する（セルフテスト時） 108

7 リーク検査

リーク検査のヒント 110

外部にリークがないか調べる 111

GC にリークがないか調べる 112

注入口のリーク検査を実行する 113

リーク検査の警告限度を設定する 115

注入口リーク検査の警告制限値を無効にする 116

スプリット / スプリットレス注入口に漏れがないか調べる 117

圧力設定値に達することができない 117

感度低下または再現性の低下 118

SS 圧力封入リークテストを実行する 119

PP 圧力封入リーク検査を実行する 120

8 トラブルシューティング作業

カラム流量の測定 122

FID、TCD、μECD、および FPD のカラム流量の測定 122

NPD カラム流量の測定 124

スプリットベントまたはセプタムパージ流量の測定 126

検出器流量を測定する 127

FID、TCD、μECD、および FPD 流量の測定 127

NPD 流量の測定 130

GC セルフテストの実行 132

スプリットベントラインの逆圧を確認またはモニタする 133

注入口トラップ検査の警告限界値を設定する 134

注入口トラップ検査の警告限界値を無効にする 135

注入口トラップ確認の実行 136

SS スプリットベント制限テストを実行する 138
FID 点火オフセットの調整 139
FID フレーム点火の確認 140
点火シーケンス時の FID イグナイタ機能の確認 141
FID オフセット値の測定 142
FID ベースラインシグナルの測定 143
FID ノイズの原因を特定する 144
NPD オフセット値の測定 145
FID ジェットの詰まりを調べる 146
NPD ジェットの詰まりを調べる 147
NPD ビードの点火の確認 148
FPD フレームが点火していることを確認する 149
FPD Lit オフセットを調整する 150
ガストラップを交換する時期 151
スプリットベントラインに汚染がないか調べる 152
デバイスのレディ状態を無視する 154

1 コンセプトと通常の作業

コンセプト 10
コンフィグレーション可能な項目を常に最新の状態に保つ 12
ランログおよびイベントログの表示 14
修理の問い合わせをする前に 15

コンセプト

このマニュアルには現象の一覧と、GC ハードウェアまたはクロマトグラムのシグナルに関連するエラー、GC Not Ready（ノットレディ）のメッセージ、およびその他の共通の問題に直面したときに行う作業が記載されています。

それぞれのセクションには問題についての説明と、ユーザーによるトラブルシューティング用に、考えられる原因の一覧が記載されています。これらのリストは、新しいメソッドの構築に使用することを目的としたものではありません。メソッドが正しく動作するという仮定の下でトラブルシューティングを進めます。

このマニュアルには、修理の問い合わせをする前に必要な情報だけでなく、共通のトラブルシューティング作業についても記載されています。

このマニュアルを使用したトラブルシューティング

トラブルシューティングに対する通常のアプローチとして以下の手順を実行します。

1 問題となっている現象を観察します。

2 目次または**検索**ツールを使用して、このマニュアルに記載されている現象を探します。現象の原因リストを検証します。

3 現象が解決されるまで原因をひとつひとつ調べるか、または原因リストを絞り込むテストを行います。

ソフトウェアキーパッド

問題をトラブルシューティングする場合、GC で使用できるすべての情報にアクセスするにはソフトウェアキーパッドを起動します。特に指定のない限り、このマニュアルに記載される手順において、GC の設定や GC の情報にアクセスする方法について説明している箇所では、ソフトウェアキーパッド（リモートコントローラ）を使用することが前提となっています。

[Status] キー

トラブルシューティング情報を使用するときは、ソフトウェアキーパッドの **[Status]** キーと **[Info]** キーも使用してください。これらのキーを押すと、GC とそのコンポーネントのステータスに関する有益な追加情報が表示されます。

エラー状態

問題が発生すると、ステータスメッセージが表示されます。このメッセージで、ハードウェアが破損していることが示されている場合は、さらに詳しい情報を表示できることがあります。ソフトウェアキーパッド（リモートコントローラ）を開き、GC に接続し、適切なコンポーネントキーを押してください（たとえば、**[Front Det]**、**[Oven]**、**[Front Inlet]**）。

コンフィグレーション可能な項目を常に最新の状態に保つ

GC のコンフィグレーション可能な項目の中には、常に最新の状態に保たなければならないものがあります。これを怠ると、感度が低下し、クロマトグラムに不具合が発生し、安全上の問題につながることがあります。

注入口と検出器のコンフィグレーション

注入口または検出器の設定を変更した場合、GC とその関連するすべてのコンポーネントに変更を反映させてください。注入口または検出器を変更した後に、変更を行う必要があるコンポーネントの例をいくつか下記に示します。

ライナー： 適切なライナーの種類は、スプリットモードとスプリットレスモードなどの GC 注入口モードと分析に応じて変化します。

FPD フィルタ ： FPD フィルタが適切に動作するためには、さまざまなガス流量の設定が必要です。取り付けられている FPD フィルタに従って（リンフィルタまたは硫黄フィルタ）、フローをコンフィグレーションします。

NID および NPD ジェット： 取り付けられているカラムのタイプ（キャピラリカラムまたはパックドカラム）に適したジェットを使用します。

カラムのコンフィグレーション

カラムを切り取ったり、交換したりした場合は、必ず GC 再コンフィグレーションします。また、カラムのタイプ、長さ、内径、および膜厚がデータシステムに正しく反映されていることを確認します。GC はこのデータに基づいて流量を計算します。カラムに変更があった後で GC を更新しないと、流量の誤り、スプリット比率の変更や誤り、リテンションタイムの変動、およびピークの移動の原因になります。

オートサンプラのコンフィグレーション

オートサンプラ（ALS）が正しく動作するよう、オートサンプラのコンフィグレーションを常に最新の状態に保ちます。常に最新の状態に保たねばならない ALS の項目には、取り付けたシリンジのサイズ、および溶媒ボトルと廃液ボトルの使用方法があります。

ガスのコンフィグレーション

警告 **水素を使用するときは、必ず GC を適切にコンフィグレーションします。水素の漏れは素早く、空気中や GC オーブン中に大量に放出されると安全上の問題が発生します。**

ガスタイプを変更したら、必ず GC 再コンフィグレーションします。実際に配管されているガス以外のガスに合わせて GC をコンフィグレーションしたままにすると、流量に誤りが生じます。

ガスのコンフィグレーションを確認するには

1 [Config] を押します。

2 画面上で、適切な検出器またはカラム項目までスクロールし、[Enter] を押してコンフィグレーションされたガスのタイプを確認します。

ランログおよびイベントログの表示

GC には内部イベントログがあり、それぞれのログの記録上限は 250 エントリです。これらのログは、問題をトラブルシューティングするために使用されます（エラーメッセージが消えた後でも確認できます）。

ログを利用する場合は、**[Logs]** を押して目的のログに切り替えます。画面には、ログに記録されているエントリ数が表示されます。リストをスクロールします。

ランログ

分析のたびに、設定されたメソッドからの逸脱がランログに記録されます。このログは、分析が始まるたびに上書きされます。ランログの情報は、医薬品安全性試験実施基準（GLP）に使用することができ、また Agilent データシステムにアップロードすることができます。ランログにエントリが記録されている場合は、ソフトウェアキーパッドの **Run Log（ランログ）** ステータスライトが点灯します。

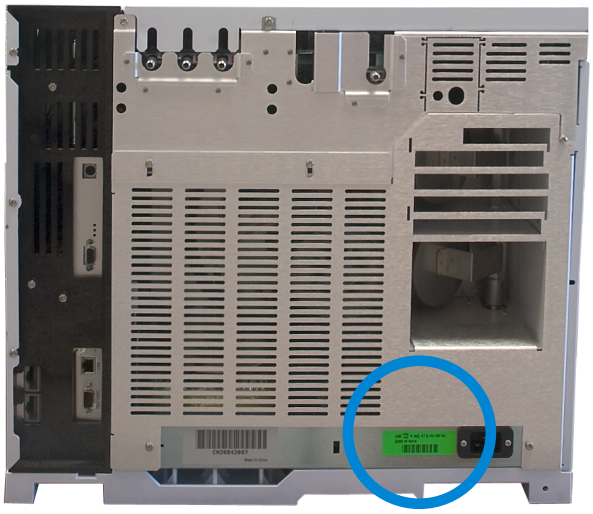
イベントログ

イベントログには、シャットダウン、警告、エ　ラー、および GC 操作時に発生する GC 変化（分析開始、分析停止など）などのイベントが記録されます。イベントログにこれ以上記録できなくなると、最も古いエントリから上書きされます。

修理の問い合わせをする前に

修理の問い合わせをする前に、以下の情報を収集してください。

- 現象
- 問題の内容
- 取り付けられているハードウェア、およびエラー発生時のパラメータ／コンフィグレーション（サンプル、供給ガスタイプ、ガス流量、取り付けられている検出器／注入口など）
- GC の画面に表示されるメッセージ
- トラブルシューティングテストの実行結果
- 機器の詳細（以下の情報を取得してください）
  - GC のシリアル番号。GC の右下にあるステッカーに記載されています。
  - GC のファームウェアリビジョン（**[Status]** を押し、次に **[Clear]** を押します）
  - 電源コンフィグレーション（GC 電源ケーブルの左側にある GC の背面パネルのラベルに記載）



- **[Status]** キーを押すと、前の **Error（エラー）**、**Not Ready（ノットレディ）**、および **Shutdown（シャットダウン）** メッセージが表示されます。

サービス／サポートの電話番号については、弊社 Web サイト www.chem-agilent.com を参照してください。

2
ALS および検出器の現象

プランジャエラー 18
7693A インジェクタタワーの位置合わせライトがオン 19
注入口への注入時にシリンジニードルが曲がる 20
FID が漏れ電流テストに不合格 21
NPD が漏れ電流テストに不合格 22
FID がベースラインテストに不合格 23
FID の感度低下を解決する 24
FID が点火しない 25
点火シーケンス時に FID イグナイタが点灯しない 26
FID コレクタおよびイグナイタグロープラグの腐食 27
FPD が点火しない 28
NPD ビードが点火しない 31
（不良）デバイスのシャットダウン 32

プランジャエラー

ALS からフロントプランジャまたはバックプランジャのエラーの報告があった場合は、以下の原因が考えられないか調べます。

- シリンジプランジャが引っかかっている、またはプランジャキャリアにしっかりと取り付けられていない。
- プランジャソレノイドが結合している。
- プランジャキャリアエンコーダが操作不能である。
- オートインジェクタのプランジャキャリアメカニズムが動かない。
- サンプルの残留物または摩耗により、プランジャが自由に動かない。新しいシリンジを取り付けます。取り付けの前には、シリンジに溶媒が用意されていることを確認します。

手順

1 シリンジを取り外し、プランジャに引っかかりや結合がないことをチェックします。必要な場合は、シリンジを交換します（7693A。

2 サンプルの粘性を粘性パラメータと照らし合わせてチェックします。必要な場合は、粘性パラメータをリセットします。

3 シーケンスを再開します。

4 エラーが再度発生する場合は、Agilent サービスに問い合わせます。

7693A インジェクタタワーの位置合わせライトがオン

Aling Mode（位置合わせモード）ライトがオンの場合、まず、タレットが正しく取り付けられていることを確認します。次に、『7693A オートサンプラの据付、操作、およびメンテナンス』マニュアルの記載に従って、位置合わせ手順を実行します。

注入口への注入時にシリンジニードルが曲がる

警告 **インジェクタのトラブルシューティングを行う際は、シリンジニードルに手を近づけないでください。ニードルは鋭利であり、有害な化学物質が付着している可能性があります。**

詳細については、以下の ALS マニュアルを参照してください。

7693A オートサンプラの据付、操作、およびメンテナンス

- GC セプタムナットが締まり過ぎていないことを確認します。
- シリンジがシリンジキャリッジに正しく取り付けられていることを確認します。
- ニードルサポートとニードルガイドが清潔なことを確認します。残留物またはセプタムの沈殿物をすべて取り除きます。必要に応じて新しいニードルサポートフット（7693A）を取り付けます。
- 適切なシリンジを使用していることを確認します。シリンジバレルとニードルの長さは合わせて約 126.5 mm でなければなりません。
- サンプルバイアルの寸法が仕様と一致していることを確認します。
- クリンプキャップが正しく取り付けられていることを確認します。サンプラのマニュアルを参照してください。

FID が漏れ電流テストに不合格

考えられる原因

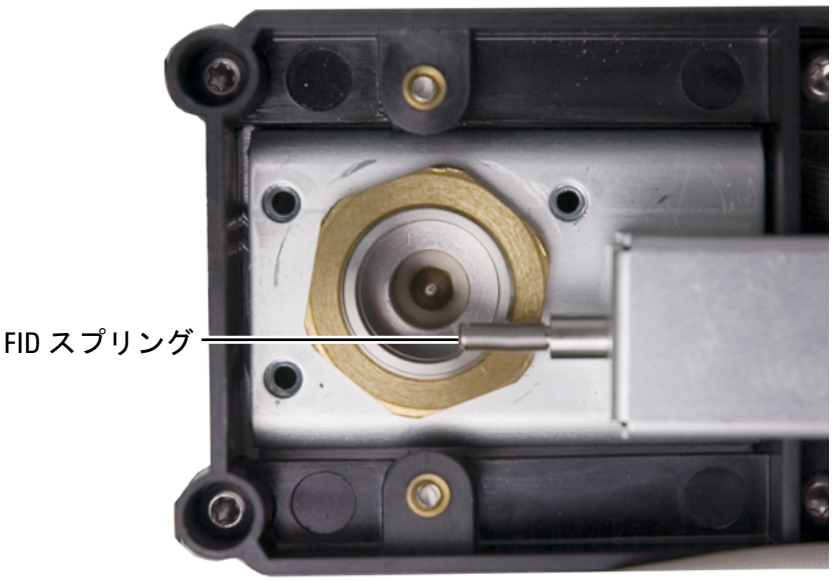
漏れ電流テストに失敗した場合、通常は組み立ての誤り、汚染、または部品の損傷があることを示します。

手順

1 FID のメンテナンスを行った直後であれば、検出器の問題をトラブルシューティングする前に、検出器が正しく組み立てられていることをまず確認します。

2 テフロンの O リングが汚れている場合、交換します。

3 スプリングに損傷、曲がり、汚れがないことを確認します。スプリングは、コレクタの溝に触れていなければなりません。スプリングに損傷、曲がり、汚れがある場合は、修理について Agilent カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。



NPD が漏れ電流テストに不合格

漏れ電流テストに失敗した場合、通常は組み立ての誤り、汚染、または部品の損傷があることを示します。

NPD のメンテナンスを行った直後であれば、検出器の問題をトラブルシューティングする前に、検出器が正しく組み立てられていることをまず確認します。

1 セラミックインシュレータを交換します。再テストします。

2 ビード電圧を 0.0 V に設定します。オフセットの調整をオフにします。出力（漏れ電流）を表示します。

3 ビードを取り除き、安全な場所に保管します。

4 リッドを固定している 3 本のネジを取り除き、リッドを外します。

5 スプリングを調べます。スプリングに損傷、曲がり、汚れがないことを確認します。スプリングは、コレクタの溝に触れていなければなりません。スプリングに損傷、曲がり、汚れがある場合は、修理について Agilent カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。

6 スプリングに損傷や汚れがないのに検出器の出力信号がまだ高い場合は、Agilent カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。

FID がベースラインテストに不合格

FID のメンテナンスを行った直後であれば、検出器の問題をトラブルシューティングする前に、検出器が正しく組み立てられていることをまず確認します。

FID がベースラインテストに失敗した場合、次の手順を行います。

- ガスの純度と品質を確認します。
- 寿命が過ぎたトラップを交換します。
- 検出器を焼き出しします。

FID の感度低下を解決する

“FID の感度低下を解決する ” を参照してください。

FID が点火しない

- Lit Offset（点火オフセット）が 2.0 pA 未満であることを確認します。
- FID が点火に必要な温度であることを確認します（>150 ℃）。Agilent では、300 ℃以上で FID を動作させることを推奨しています。
- 点火シーケンス時に FID イグナイタが点灯することを確認します（「点火シーケンス時の FID イグナイタ機能の確認」を参照してください）。
- 水素と空気の圧力が、Agilent の推奨レベルに合致することを確認します（水素は 35 psi [210 kPa] 以上、空気は 55 psi [380 kPa] 以上）。
- FID フローモジュールへの供給圧力増加を試します。これにより、設定値を変更しなくても点火しやすくなります。
- 点火するまで水素および空気の流量を増加させ、その後メソッドの値まで流量を減らします。最適値を求める実験を行います。
- ジェットが完全に、もしくは部分的に詰まっていないか調べます（「FID ジェットの詰まりを調べる」を参照してください）。
- FID の流量を確認します。実際の流量は、設定値の +/-10% でなければなりません水素と空気の比率は点火に大きな影響があります。流量設定が適切でないと、点火しないことがあります（「検出器流量の測定」を参照してください）。
- それでもフレームが点火しない場合は、システムに大きな漏れがある可能性があります。大きな漏れがあると流量の測定値が実際の流量と異なり、点火しない原因になります。システム全体にわたって（特に FID のカラムフィッティングに）漏れがないか詳細に調べます（「リーク検査」を参照してください）。
- カラムの流量を確認します（「カラム流量を測定する」を参照してください）。水素の流量は、カラム流量とメークアップ流量の合計より大きい必要があります。
- 可能な場合は、メークアップとしてヘリウムの代わりに窒素を利用します。

点火シーケンス時に FID イグナイタが点灯しない

警告 **この作業を行っている間は、顔や手を FID 上部から十分に離して安全を保ちます。FID の水素炎は見えません。**

1 検出器の上部カバーを取り外します。

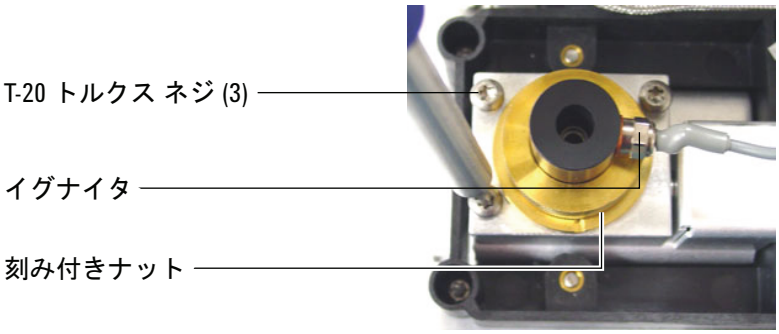
2 FID フレームを**オン**にします。

3 FID 上部よりイグナイタプラグを観察します。点火シーケンスではイグナイタが点灯しなければなりません。

イグナイタが点灯しない場合は、以下の原因が考えられないか調べます。

- イグナイタに不具合のある可能性があります。イグナイタを交換します
- 検出器の温度が 150 ℃より低く設定されています。Agilent では、300 ℃以上で FID を動作させることを推奨しています。
- イグナイタからアースへの回路に接続不良があります。
  - イグナイタは FID キャッスルアセンブリにネジでしっかりと固定されていなければなりません。
  - コレクタアセンブリを固定する 3 つの T-20 トルクスネジがしっかりと締め付けられていなければなりません。
  - FID キャッスルアセンブリを固定する刻み付き真ちゅうナットがしっかりと締め付けられていなければなりません。

  これらの部品が腐食したり酸化した場合は、FID メンテナンスを行います。



FID コレクタおよびイグナイタグロープラグの腐食

Agilent では、FID のメンテナンス時に、イグナイタグロープラグに腐食がないか検査することを推奨しています。

FID の燃焼プロセスにより水滴が溜まります。この水滴と塩素系溶媒あるいはサンプルのために腐食が起き、感度が失われます。

腐食を防ぐには、検出器の温度を 300 ℃以上にします。

FPD が点火しない

- FPD が点火に必要な温度であることを確認します（150 ℃以上）。
- FPD 流量をチェックし、その流量が FPD に取り付けられているフィルタのタイプに合っていることを確認します。水素と空気の比率は点火に大きな影響があります。流量設定が適切でないと、点火しないことがあります

表 1　FPD 推奨流量

	硫黄モード流量、mL/min	リンモード流量、mL/min
キャリア（水素、ヘリウム、窒素、アルゴン）		
パックドカラム	10 ～ 60	10 ～ 60
キャピラリカラム	1 ～ 5	1 ～ 5
検出器ガス		
水素	50	75
エアー	60	100
キャリアガス + メークアップ	60	60

- 検出器の実際の流量を測定します（「検出器流量の測定」を参照してください）。
- FPD イグナイタが動作することを確認します（「FPD フレーム点火の確認」を参照してください）。
- 点火シーケンスの間、エアー流量を表示します。エアー流量は、点火を試みている間は 200 mL/ 分に達しなければなりません。達していない場合は、供給圧力が不十分です。
- **Lit Offset（点火オフセット）**の値を確認します。通常は、**Lit Offset（点火オフセット）**の値は 2.0 です。Lit offset（点火オフセット）の値がゼロだと、自動点火はオフになります。この値が大きすぎると、点火しても GC に認識されず、検出器がシャットダウンされます。
- それでもフレームが点火しない場合は、システムに大きな漏れがある可能性があります。大きな漏れがあると流量の測定値が実際の流量と異なり、点火しない原因になります。システム全体にわたって漏れがないか詳細に調べます（「リーク検査」を参照してください）。
- FPD　フローモジュールへの供給圧力増加を試します。これにより、設定値を変更しなくても点火しやすくなります。

- 操作条件によっては、プラスチック製ベントチューブを取り外すと簡単に点火する場合があります。点火後に、ベントチューブを再度取り付けます。
- 硫黄モードでは特に点火がむずかしい場合があります。リンモードフローへの変更を試みてから点火し、フローを徐々に硫黄値に変更していきます。
- カップリングへの接続とグロープラグへの接続をチェックして、グロープラグが締められていることを確認します。

NPD のオフセット調整中にエラーが発生する

- ジェットに詰まりがないか目視で検査します（「NPD ジェットの詰まりを調べる」を参照してください）。
- 検出器の実際の流量を測定します（「検出器流量の測定」を参照してください）。水素の流量またはメークアップ流量がゼロまたは表示された流量より大幅に低い場合は、ジェットに詰まりがないか調べます。
- ビードの状態を確認します。必要に応じて交換します。
- 流量設定が正しいことを確認します。「Flows, temperatures, and bead information」を参照してください。
- それでもプロセスが失敗する場合は、システムに大きな漏れがある可能性があります。大きな漏れがあると流量の測定値が実際の流量と異なります。システム全体にわたって（特に検出器カラムフィッティングに）漏れがないか詳細に調べます（「リーク検査」を参照してください）。
- 平衡時間を 0.0 に設定します。

NPD ビードが点火しない

- 平衡時間を 0.0 に設定します。
- 流量設定が正しく適切であることを確認します。「Flows, temperatures, and bead information」を参照してください。
- それでもプロセスが失敗する場合は、システムに大きな漏れがある可能性があります。大きな漏れがあると流量の測定値が実際の流量と異なります。システム全体にわたって（特に検出器カラム / アダプタフィッティングに）漏れがないか詳細に調べます（「リーク検査」を参照してください)。
- エラーメッセージを調べます。**[Service Mode]** を押してから、**Diagnostics（診断）> Front detector（フロント検出器）**または **Back detector（バック検出器）> Detector signal（検出器信号）**に移動してください。ビードの電圧を読み取ることもできます。
- ビードの状態を確認します。必要に応じて交換します。
- ジェットに詰まりがないか目視で検査します（「NPD ジェットの詰まりを調べる」を参照してください)。
- 検出器の実際の流量を測定します（「検出器流量の測定」を参照してください)。水素の流量またはメークアップ流量がゼロまたは表示された流量より大幅に低い場合は、ジェットに詰まりがないか調べます。

（不良）デバイスのシャットダウン

デフォルトでは、GC はコンフィグレーションされているすべてのデバイス（注入口、検出器、バルブボックスヒーター、バルブ、オーブンヒーター、EPC モジュールなど）のステータスを監視し、それらがすべて設定値に達するとレディになります。これらのデバイスのいずれかに問題があることを検知すると、GC はレディにならないか、またはシャットダウン状態になって、GC を保護し、または安全上の問題を防ぎます。ただし、場合によっては、デバイスがレディ状態にならなくても分析を開始したいことがあります。たとえば、注入口または検出器ヒーターに不具合があるような場合です。通常、このようなエラーがあれば GC はレディにならず、分析も開始されませんが、GC がこの問題を無視するように設定すれば、デバイスの修理が完了する前でも他の注入口や検出器を使用することができます。

すべてのデバイスを無視できるわけではありません。レディ状態を無視できるのは、検出器、オーブン、または EPC モジュールです。他のデバイスまたはコンポーネント（スイッチングバルブやオートサンプラのような注入デバイスなど）のレディ状態を無視することはできません。

デバイスの状態を無視するには、次の手順を実行します。

1 該当するデバイスのヒーターやガス流量をオフにします（安全上の問題がないことを確認してください）。

2 **[Config]** を押してから、エレメントを選択します。

3 **Ignore Ready（レディ状態を無視）**までスクロールし、**[On/Yes]** を押して **True（真）**に設定します。

これで、デバイスを修理する前でも GC を利用することができます。

注意

もし設定値に到達しなくてもよい場合を除いては、使用するデバイスのレディ状態は無視しないようにしてください。

破損したデバイスの修理が完了したら、必ず Ignore Ready（レディ状態を無視）= False（偽）に戻してください。戻さないと、このデバイスを分析に使用している場合でも、デバイスの状態（温度、フロー、圧力など）が無視され続けます。

デバイスのレディ状態を調べるには、**Ignore Ready（レディ状態を無視）**を **False（偽）**に設定します。

3 クロマトグラムに関する現象

リテンションタイムの再現性が悪い 34
ピーク面積の再現性が悪い 35
汚染またはキャリーオーバー 36
予想よりもピークが大きい 39
ピークが表示されない / ピークがない 40
オーブン温度プログラム時のベースライン上昇 41
ピークの分離度が低い 42
ピークのテーリング 43
ピークの沸点または分子量ディスクリミネーションの悪化 45
注入口でのサンプル分解 / あるべきピークがない 46
ピークのリーディング 47
うねり、ドリフト、およびベースラインスパイクを含む、検出器のノイズ 48
マイクロ電子捕獲型検出器（uECD）のノイズと感度 53
ピーク面積が小さい、または高さが低い（感度低下） 57
分析時に FID フレームが消え、再点火する 60
FID ベースラインシグナルが 20 pA 以上になった 62
FID ベースライン出力が最大（～ 800 万） 63
分析時に FPD フレームが消え、再点火を試みる 64
FPD クエンチング / 再現性 65
FPD 出力が高すぎるか、または低すぎる 66
FPD ピーク面積が小さい 67
FPD ピーク半値幅が大きい 68
FPD ベースライン出力が高い、20 pA 以上 69
FPD クロマトグラフでピークが短縮される 70
NPD 溶媒クエンチング 71
NPD の感度が低い 72
NPD ベースライン出力が 800 万以上 73
NPD のオフセット調整が正しく機能しない 74
NPD の選択性が悪い 75
TCD でマイナスピークが表示される 76
TCD ベースラインに振幅ノイズテーリングピークがある（ベースラインの振幅ノイズ） 77
TCD ピークのテールにマイナスのくぼみがある 78

リテンションタイムの再現性が悪い

- セプタムを交換します。
- 注入口、ライナー（該当する場合）、およびカラムの接続部分に漏れがないか調べます（「“ リーク検査 ”」を参照してください）。
  - 注入口のリーク検査を実行する
  - PP 圧力封入リーク検査を実行する
- キャリアガスの供給圧力が十分か調べます。GC に供給される圧力は、最終オーブン温度で必要となる注入口最大圧力よりも 10 psi（40 kPa）以上高くなければなりません。
- 既知の標準サンプルを使用して問題を確認します。
- 注入されるサンプルに適したタイプのライナーを使用していることを確認します
- これが最初の分析かどうか調べます（GC が安定した状態で分析を開始したかを確認します）。
- FID または NPD を使用し、リテンションタイムが長くなった（ドリフト）場合は、ジェットに汚染がないか調べます。またはジェットを交換します。
  - FID ジェットを交換
  - FID ジェットの詰まりを調べる
  - NPD ジェットの詰まりを調べる

ピーク面積の再現性が悪い

ALS シリンジの動作を確認します（『7693A オートサンプラの据付、操作、およびメンテナンス』のトラブルシューティングに関するセクションを参照してください）。

- シリンジを交換します。
- 注入口、ライナー（該当する場合）、およびカラムの接続部分に漏れがないか調べます（「“ リーク検査 ”」を参照してください）。
- バイアルのサンプル量を確認します。
- 既知の標準サンプルを使用して問題を確認します。
- これが最初の分析かどうか調べます（GC が安定した状態で分析を開始したかを確認します）。

汚染またはキャリーオーバー

シグナルに汚染や予期しないピークがある場合は、以下の手順を実行します。

汚染源の特定

1 新しく、高純度の溶媒を使用して溶媒ブランクランを実行します。汚染が消えたら、問題はサンプルまたは溶媒のいずれかに関するものである可能性があります。

2 ブランクランを実行します（インジェクタからシリンジを取り外し、分析を開始します）。汚染が消えたら、問題はシリンジにあります。

3 検出器からカラムを取り外し、検出器フィッティングをキャップで閉じます。もう一度ブランクランを実行します。汚染が消えたら、問題は注入口またはカラムにあります。汚染が残ったら、問題は検出器にあります。

考えられる原因（注入口と検出器のすべての組み合わせ）の確認

注入口、サンプラ、サンプル、ガス供給

- セプタムの種類と取り付け状態を確認します。バイアルセプタムがサンプル内で溶解している可能性があります。使用している溶媒に対して、バイアルセプタムに十分な抵抗力があることを確認します。バイアルセプタムが平らであることも確認します。バイアルセプタムが平らでない場合、ニードルがセプタムを削ってサンプルへいくつか入り、汚染を引き起こしてゴーストピークを生むことがあります。
- 注入口のメンテナンスを行います。消耗部品をすべて交換し、注入口を焼き出しします。
- 前回の分析からのサンプルのキャリーオーバーがないか調べます。注入を行わないブランクランを数回行い、ゴーストピークが消えるか、または小さくなるか確認します。
- セプタムパージ流量を確認します。流量が低すぎる場合は、セプタムかすや、サンプル等が凝縮し、パージラインが詰まっている可能性があります。
- すべてのガストラップインジケータの日付を確認します。
- ガスの純度を確認します。短い間隔で数回分析を繰り返した後、次に長い間隔をあけて数回分析を繰り返します。長い間隔をあけて分析した方が汚染ピークが大きくなる場合は、ガスの汚染が疑われます。これは、汚染がカラムやライナーの上に残る時間が長くなるためです。

- 配管とフィッティングに汚染がないか調べます。
- 注入口の汚染が疑われる場合は、焼き出し手順を実行します（SS、PP）。
- 注入口の動作を確認します。注入口をクリーニングし、汚染された注入口の部品を交換します。
  - スプリット / スプリットレス注入口のクリーニング
  - パージ付きパックド注入口のクリーニングする
- ALS 洗浄ボトルの溶媒レベルを確認します。
- 必要に応じて ALS シリンジを交換します。
- サンプル注入量を確認します。ALS から十分なサンプルが注入口に注入されていることを確認します。Solvent Vapor Volume Calculator を使用して、注入されたサンプルの量を判断します。
- ゴーストピークは、サンプルバイアルの汚染によって引き起こされる場合があります。新しいバイアルまたは清潔なバイアルを試して、ゴーストピークが消えるかどうかを確かめます。
- 一部のサンプルは熱や紫外線によって変化します。サンプルの安定性をチェックします。

カラム、メソッド

- カラムのメンテナンスを行います。汚染物質を焼き出しし、注入口付近のカラムの汚染部分を取り除き、必要に応じてカラムを反転し、焼き出しします。
- カラムに汚染がありそうな場合は、焼き出し手順を実行します。
- オーブンプログラム温度と時間が、注入されるサンプルに対し十分であることを確認します。隣接したサンプルピークより幅の広いゴーストピークは、前回の分析のものである場合があります。
- カラムに汚染がないか検査します。残留物を含む分子量の大きいサンプルを使用すると、シリンジ、注入口ライナー、またはカラムの最初の 5 ～ 10cm 程度が汚染されている可能性があります。

検出器、検出器ガス供給

- すべてのガストラップインジケータの日付を確認します。
- ガスの純度を確認します。短い間隔で数回分析を繰り返した後、次に長い間隔をあけて数回分析を繰り返します。長い間隔をあけて分析した方が汚染ピークが大きくなる場合は、ガスの汚染が疑われます。これは、汚染がカラムやライナーの上に残る時間が長くなるためです。
- 配管とフィッティングに汚染がないか調べます。
- 検出器の汚染が疑われる場合は、焼き出し手順を実行します（FID、TCD、uECD）。

- 検出器の動作を確認します。汚染された検出器の部品を交換します。
  - NPD コレクタ、セラミックインシュレータ、およびジェットのメンテナンス
  - FID のメンテナンス

予想よりもピークが大きい

- 実際のカラムのディメンションと突き合わせて、コンフィグレーション済みのカラムの寸法を確認します（“コンフィグレーション可能な項目を常に最新の状態に保つ” を参照）。
- オートサンプラの注入量を確認します。通常の注入モードのサンプラでは、高速注入を使用して設定された量のサンプルが注入されます。高速注入では、ニードルでの分別が最少になります。マニュアル注入または低速のオートサンプラを使った場合のクロマトグラムでは、高分子量物質より低分子量物質のレベルが高くなります。これは、分子量の大きい物質より揮発性物質の方が速くニードルから放出されるからです。
- バイアルキャップをチェックします。バイアルキャップが緩いと、軽量物質がサンプルから選択的に失われる原因となります。キャップが簡単に回転する場合は、キャップが正しく取り付けられていないことを意味します。
- コンフィグレーション済みのシリンジサイズを確認します。シリンジサイズの中には、半分の容量が指定されているものもあります。バレルの上部ではなくバレルの半分の高さの位置にシリンジ最大量のマークがある場合は、シリンジサイズのコンフィグレーション時にはラベルに表示されている量の **2 倍の量**を入力します。

ピークが表示されない / ピークがない

- オートサンプラを使用する場合は、以下の手順を実行します。
  - バイアルにサンプルがあることを確認します。
  - ALS　プランジャキャリッジがシリンジプランジャにしっかりと固定されていることを確認します。
  - シリンジが正しく取り付けられ、サンプルを吸引することを確認します。
  - タレット正しくロードされ、注入がシーケンス外のバイアルでないことを確認します。
  - サンプルがシリンジに吸引されることを目視で確認します。
- 使用している検出器がシグナルに割り当てられていることを確認します。
- カラムが正しく取り付けられているか調べます。
- カラムが詰まっていないことを確認します（「“ カラム流量の測定 ”」を参照してください）。カラムのメンテナンスを行います。
- 漏れをチェックします（「“ リーク検査 ”」を参照してください）。
- 流量設定を確認し、検出器の実際の流量を測定します（「“ 検出器流量を測定する ”」を参照してください）。
- 一部のサンプルは熱や紫外線によって変化します。サンプルの安定性を確認します。
- バイアルのサンプルレベルを確認します。
- サンプルが粘性の場合は、以下を試してください。
  - 粘性遅延時間を長くします。
  - 粘性の低い適切な溶媒でサンプルを希釈します。
  - タワーファンをオフにします。

検出器に問題がある場合は、表 2 を参照してください。

表 2　検出器のトラブルシューティング

検出器	解決策
FID、FPD	• エレクトロメーターがオンになっていることを確認します。 • フレームが点いていることを確認します。
TCD	• フィラメントがオンになっていることを確認します。 • リファレンスガスがゼロに設定されていないことを確認します（リファレンスガス流量がゼロだとフィラメントはオンになりません）。

オーブン温度プログラム時のベースライン上昇

- カラムにブリードがないか検査します。
- キャリアガスの供給源に漏れ / 酸素がないか調べます。酸素があると、接合フェーズのキャピラリカラムは損傷する場合があります。
- 供給ガスの酸素トラップインジケータまたは前回トラップを交換した日付を確認します。
- 溶媒ブランクランを行い、サンプルなしでのベースラインを評価します。
- 「注入なし」のブランクランを行い（インジェクタからシリンジを取り外し、分析を開始する）、溶媒なしでベースラインを評価します。
- 汚染がないか調べます（「汚染またはキャリーオーバー」を参照してください）。
- ブリードに対するカラム膜厚の影響を調べます。膜の薄いカラムの使用を試します。
- カラムフィッティングに漏れがないか調べます（「“ リーク検査 ”」を参照してください）。
- カラム補正を行います。

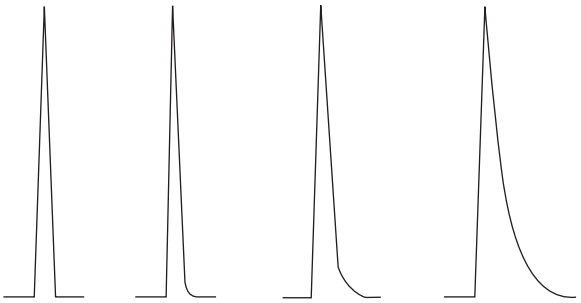
ピークの分離度が低い

- カラム流量を最適な線速度に設定します。
- 注入口に不活性の消耗部品（ライナーなど）を取り付けて測定します。
- カラムのメンテナンスを行います。汚染物質を焼き出しし、注入口付近のカラムの汚染部分を取り除き、必要に応じてカラムを反転し、焼き出しします。
- カラム両端の取り付け状態を確認します。
- より分離度の高いカラムを選択します。

ピークのテーリング

以下の図に、テーリングピークの例を示します。テーリングピークのトラブルシューティングを行うときには、以下の点を調べます。

- どのピークがテーリングしているか。
- テーリングピークは極性化合物か、すべて化合物か、または溶出が早い、溶出が遅いなどの傾向があるか。



- カラムに深刻な汚染がないか調べます。
  - キャピラリカラムを使用している場合は、カラムの正面から 0.5 ～ 1m 取り除きます 。
  - 接合またはクロスリンクフェーズでは、溶媒によりカラムをすすぎます。
  - 注入口に汚染がないか調べます。注入口に保持された化合物があると、テーリングが増加することがあります。注入口をクリーニングし、汚染された注入口の部品を交換します（『7820A メンテナンス』マニュアルを参照してください）。
- カラムの固定相（カラムの活性点の有無）を調べます。これは極性化合物にのみ効果があります。活性カラムは通常テーリングを生成し、これはリテンションタイムとともに増加します。
  - カラムを交換します。
- カラムが正しくカットされ、取り付けられていることを確認します。
  - 適切な工具を使って、切り口がなめらかになるように四角く切断します。
  - 取り付けに漏れがないことを確認します。カラムフィッティングに漏れがあると、早期の溶出ピークのテーリングが増加します（「“ リーク検査 ”」を参照してください）。
- 使用されているアダプタ、ライナー、および注入口シールの種類を調べます。これらが汚染されていたり、活性点があったりする可能性があります。
  - 新しい、不活性化されたライナーを使用します。これは極性化合物にのみ効果があります。

- 注入口シールをクリーニングまたは交換します。

- アダプタ（取り付けられていれば）とライナーに固形物が付着していないか調べます。固形物の付着が見えたら、クリーニングまたは交換します。
- キャピラリスプリットレス注入では、溶媒とカラムの組み合わせを調べます。
  - 別の溶媒を使用します。これは、早期の溶出ピークにテーリングが多い場合、または溶媒ピークに近い場合に役立ちます。
  - 3 ～ 5 m のリテンションギャップを使用します。
- 注入方法が適切であることを確認します。これは通常、プランジャの異常な下降またはシリンジニードルにサンプルがあることに関連しています。
- 注入口温度を確認します。
  - 温度が高すぎる場合、テーリングは一般に早期の溶出で悪化します。注入口の温度を 50 ℃下げます。
  - 温度が低すぎる場合、テーリングは通常リテンションで増加します。注入口の温度を 50 ℃上げます。
- システムにデッドボリュームがないか調べます。カラム両端の取り付け状態が適切か調べます。
  - ピークテーリングがリテンションタイムとともに減少する場合は、ライン接続、フューズドシリカユニオンなどのデッドボリュームを減らします。
  - 検知器または注入口に取り付けられたカラムの位置が高すぎると、デッドボリューム領域が生じることがあります。
- トランスファラインに低温箇所がないか検査します。低温箇所は、リテンションタイムにより通常増加するテーリングの原因になります。

NPD ピークテーリング

NPD では、以下の手順を実行します。

- 実行されるサンプルに適したビードを使用していることを確認します。リンを含む化合物の分析時には、黒色ビードを取 り付けると、ピーク形状が改善することがあります。白色ビードは、リンを含む化合物の分析時にピークテーリングの原因になることがあります。
- 正しいジェットが取り付けられていることを確認します。拡張チップ付きジェットを使用します。
- セラミックインシュレータを交換します。

ピークの沸点または分子量ディスクリミネーションの悪化

ピーク沸点または分子量ディスクリミネーション（注入口ディスクリミネーション）に問題がある場合は、以下の手順を実行します。

- 注入口に汚染がないか調べます。必要に応じてライナーを清掃、交換します。注入口の消耗部品をすべて交換します。『メンテナンス』マニュアルを参照してください。
- 注入口温度を調整します。
- 既知のメソッドで標準サンプルを分析して、期待されるパフォーマンスが得られているかを判断します。

注入口がスプリットモードの場合（任意の検出器）

- ライナーの種類を確認します。スプリット分析向けに最適化されたライナーを使用します。これは、サンプルが完全に気化できるようなガラスウールまたはその他の表面部パッキンを含むものです。
- 注入口の温度を上げます。断熱カップが取り付けられ、断熱材が入っていることを確認します。
- カラムの切断面の状態と注入口への取り付け状態を確認します。SS注入口の項目を参照してください。

注入口がスプリットレスモードの場合（任意の検出器）

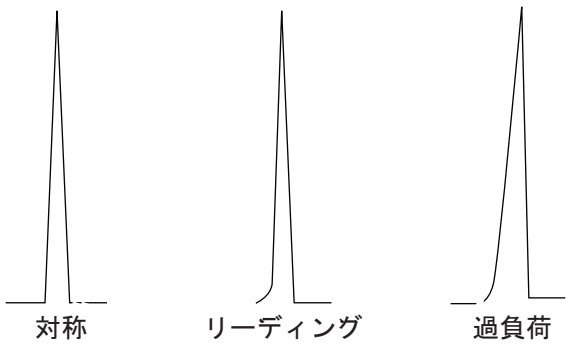
- 注入口に漏れがないか調べます（「“ リーク検査 ”」を参照してください）。
- ライナーの種類を確認します。スプリットレス分析向けに最適化されたライナーを使用します（不活性、大容量）。
- オーブン初期温度が溶媒の沸点より低いことを確認します。
- カラムの切断面の状態と注入口への取り付け状態を確認します。SS注入口の項目を参照してください。
- 溶媒の気化容積がライナーの容量を超えていないことを確認し　ます。
- 注入口のパージ時間が適切かどうか調べます（ライナー容量 / カラム流量）。

注入口でのサンプル分解 / あるべきピークがない

- 注入口温度を下げます。
- キャリアガスに空気または水が含まれていないか調べます。ガスの純度とトラップの機能を確認します。
- ライナーが、分析されるサンプルに適したものであることを確認します。
- 注入口のメンテナンスを行います。消耗部品をすべて交換し、注入口を焼き出しします。
- ライナーを使用する場合は、Agilent 不活性ライナーを取り付けます。
- セプタム、ライナー、およびカラムフィッティングに漏れがないか調べます（「“ リーク検査 ”」を参照してください）。
- Agilent ダイレクトコネクトライナーを取り付けます。
- パルスド注入を使用して、カラムへのサンプル導入時間を短縮します。
- 注入口を焼き出しします。以下を参照してください。
  - スプリット / スプリットレス注入口の焼き出し
  - パージ付きパックド注入口の焼き出し
- 注入口をクリーニングします。以下を参照してください。
  - スプリット / スプリットレス注入口のクリーニング
  - パージ付きパックド注入口のクリーニングする

ピークのリーディング

以下の図に、対称ピーク、リーディング、および過負荷の 3 つのタイプのピークの例を示します。



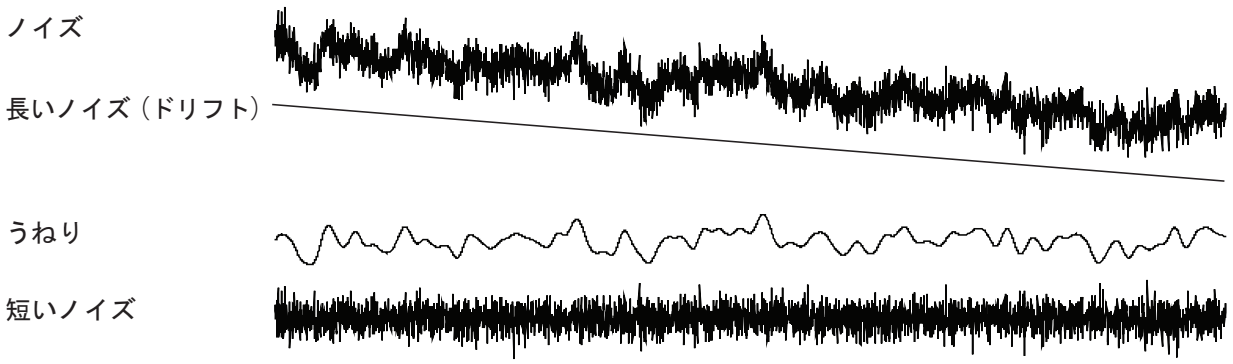
ピークのリーディングまたは過負荷が発生した場合は、以下の手順を実行します。

- 注入量が適切なことを確認します。最も一般的なリーディングピークの原因は、カラムの過負荷です。
  - 注入量を減らし、サンプルを薄め、スプリット比を増やします。
  - カラムタイプまたは膜厚を変更します。
- カラムが正しく取り付けられていることを確認します。正しく取り付けられていない場合は、注入口にカラムを再度取り付けます。
- 適切な注入方法が使用されていることを確認します。これは通常、プランジャの異常な下降またはシリンジニードルにサンプルがあることに関連しています。
- キャピラリスプリットレス注入を使用している場合は、溶媒の化合物溶解度を調べます。
  - 溶媒を他のものに変えます。
  - リテンションギャップを使用します。
- サンプル溶媒の純度を確認します。極性や沸点が大幅に異なる溶媒では、混合サンプル溶媒がピークのリーディングの原因になることがあります。その場合は、サンプル溶媒を他のものに変えます。

うねり、ドリフト、およびベースラインスパイクを含む、検出器のノイズ

ノイズの測定は、カラムを取り付け、キャリアガスをオンにした状態で、「通常」動作条件で行わなければなりません。たとえば、フレームオフの状態での FID エレクトロメータのノイズやドリフトには、検出器が実際どのように動作するか示す十分な情報が提供されませんが、これは、ノイズの主要な原因がこの測定に含まれないためです。通常、ノイズには高周波成分（電子的に発生）と、うねり、ドリフトといわれる低周波成分があります。

うねりの方向はランダムですが、短周期の電子ノイズよりも低周波です。長周期のノイズ（ドリフト）とは、うねりおよび電子ノイズよりも長い時間での信号の単調な変化のことです（以下を参照）。「短い」および「長い」というのは、クロマトグラフのピークの幅を基準とした相対的なものです。一般的に、ノイズはピーク半値幅の約 10 倍（またはガウスピークの面積 / 高さ比の 10 倍）の期間、測定する必要があります。これより長い時間測定すると、ノイズを過大評価する可能性があり、短いと過小評価する可能性があります。



ベースラインのノイズ

ベースラインからノイズが発生したり、検出器のシグナルが大きい場合は、漏れ、汚染、または電気的な問題がある可能性を示します。どのような検出器でもある程度のノイズは避けられませんが、アッテネーションを大きくすることで改善することができます。ノイズは検出器の感度を損なうので、最小限に抑えなければなりません。

- すべての検出器のカラムフィッティングに漏れがないか調べます（「“ リーク検査 ”」を参照してください）。
- FID については、FID ノイズの原因を特定するを参照してください。
- TCD では、5 Hz 以下でデータを採取して確認します。

今までクリーンだったベースラインに突然ノイズが現れた場合は、以下の手順を実行します。

- システムに対して実施した最近の変更を調べます。
- 注入口を焼き出しします。以下を参照してください。
  - スプリット / スプリットレス注入口の焼き出し
  - パージ付きパックド注入口の焼き出し

  焼き出しを行うと、セプタムのブリードおよびその他の汚染物質を減らすことができます。セプタムが新しいと、低分子量物質のブリードから発生するノイズの原因になることがあります。注入口の温度を下げるとノイズが減少する場合は、おそらくこれが原因です。高品質のセプタムのみ使用し、汚染されない場所でこれを保管します。
- キャリアガスと検出器ガスの純度を確認します。最近ボンベを交換し、古いボンベがまだ使用可能でガスが中に残っている場合は、古い方のボンベを使用してノイズが減少しないか試します。

  新しいガスがトラップを飽和させるほど激しく汚染されている場合は、古いボンベに変更すると、トラップを交換または再生させるまで多少状況が改善されることがあります。この問題は、窒素キャリアガスでよく発生します。ガスは、信頼できるサプライヤから購入してください。
- TCD では、GC の位置の室内空気圧の変動を確認します。　ファンまたはエアコンから GC を吹き抜ける空気の流れにより、検出器からでる排気が干渉されることがあります。検出器は十分保護されているためこれがノイズの原因である可能性は高くありませんが、可能性の 1 つではあります。空気の流れの元を切るか、検出器の出口を遮蔽すれば、この問題を識別することができます。TCD 出口リストリクタ（G1532-60070）を取り付けます。
- 検出器またはそのシグナル経路の接続に緩みがあると、ノイズの原因となります。
- 最近のメンテナンスの後に元通りに正しく組み立てられたことを確認します。
- 検出器に汚染がないか検査します。

許容不可能なレベルまでノイズが徐々に大きくなる場合は、以下の原因が考えられないか調べます。

- 検出器を焼き出しします（FID、TCD、uECD）。
- 検出器に汚染がないか検査します。必要に応じて部品を交換します
- カラムと注入口に汚染がないか確認します。
- FID または NPD ジェットに汚染がないか確認します。
  - FID ジェットの詰まりを調べる
  - FID ジェットを交換
  - NPD ジェットの詰まりを調べる

- NPD コレクタ、セラミックインシュレータ、およびジェットのメンテナンス

- FPD フォトマルチプライアチューブ（PMT）が正しく取り付けられていることを確認します。正しく取り付けられていないと、光が漏れ、最終的にはノイズが発生します。

FID は、検出器内に徐々に集積する付着物の影響を受けやすいものです。極端な場合は、ノイズレベルの増大に伴いスパイクが発生します。

燃焼しにくい溶媒により、カーボン（黒）の残滓が残ることがあります（主に塩素系物質および芳香族化合物）。可能であれば、これらの溶媒の使用を避けます。使用しなければならない場合は、いつでも定期的に検出器をクリーニングできるようにします。

シリコンカラムのブリードをフレームで燃焼させた場合、二酸化ケイ素（白）が残ります。これを最少にするには、カラムの負荷を少なくし、温度制限が高い液層を選択して、使用する前にカラム全体をコンディショニングし、分析に利用できる最低温度でオーブンを使用します。

両方の残滓を取り除くには、検出器を分解し、小さなブラシでこすります。溶媒（ほとんどすべての種類が利用可能）を利用して、粒子を洗い流すことができます。

ノイズの原因となる可能性があるその他の要因には、以下のものがあります。

- 検出器へのカラムの取り付け位置が高すぎる。
- オーブン温度がカラムの最高使用温度を超えている。

ベースラインのうねりとドリフト

ベースラインのうねりやドリフトは、流量や温度の設定を変更すると発生することがあります。分析を開始する前に新しい条件でシステムが安定していないと、ある程度のベースラインの変化が予想されます。以下では、条件を最後に変更してから十分に時間が経過したことを仮定して、話を進めます。

ベースラインにうねりがある場合は、特にセプタムとカラムで漏れがないか調べます（「“ リーク検査 ”」を参照してください）。カラムの検出器側で漏れがある場合は、分析と分析の間でリテンションタイムは安定していますが感度が低下しています。注入口側の場合は、感度が低下しリテンションタイムが増加しています。

また、オーブンの温度プログラムが十分であるかどうかを調べます。

ベースラインドリフトは、温度プログラミング時に最もよく見られます。ベースラインドリフトを解決するには、以下の手順を実行します。

- カラム補償が使用され、プロファイルが最新の状態であることを確認します（ブリードを補正）。
- カラムがコンディショニングされていることを確認します。

- 使用温度におけるカラムのブリードを確認します。
- データシステムでカラムに割り当てられたシグナルモードを確認します。
- カラム補正プロファイルを確認します。小さすぎる（上方へのドリフト）または多すぎる（下流へのドリフト）場合があります。

  ドリフトのこの原因は、カラムのコンディショニングにより最小にできます。低温で操作すると、ドリフトは減少しますが分析が長引きます。同等のクロマトグラフが得られる制限温度の高いカラムも使用可能です。

ベースラインスパイク

ベースラインシグナルには、周期的またはランダムに発生する 2 種類のスパイクがあります。スパイクは通常、画面上には表示されず、プロットまたはオンライントレースでのみ認識できます。

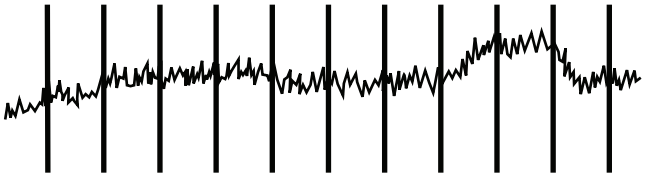


図 1　周期的スパイク

周期的スパイクの原因には、以下のものがあります。

- 電動モーター
- 建物の加熱 / 冷却システム
- 実験室内のその他の電子的干渉物

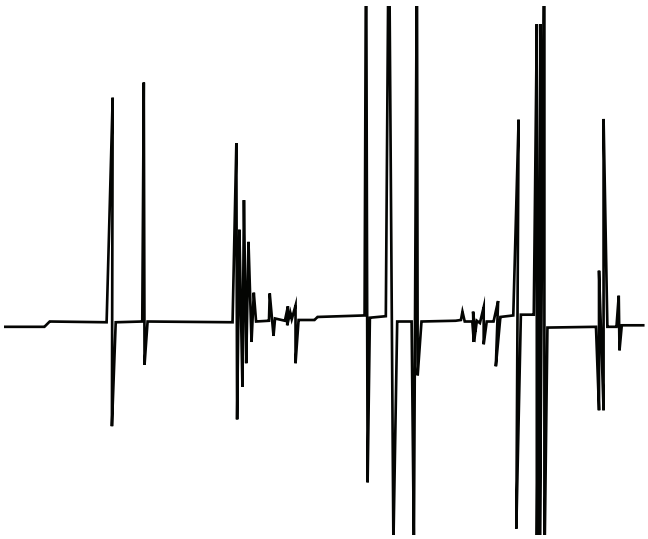


図 2 ランダムスパイク

スパイクとは点在するベースラインの変動のことで、通常は突然の（かつ大きな）上方への動きとして現れます。ノイズに伴っ て現れる場合は、ノイズの問題を解決すればスパイクも同時に消失することがあります。

- 検出器に汚染がないか調べます。極端に汚れた FID の場合、カーボン粒子または二酸化ケイ素がはがれて検出部に落ちることがあります
- パックドカラムについては、パックドカラムの出口がガラスウールできちんとシールされていることを確認します。これは充填財の粒子が検出器に吹き込まれる原因になります。不具合のある、または欠落したガラスウールがパックドカラムの出口を塞ぐ場合、これが起こります。この現象はあらゆる検出器で発生しますが、FID はジェットの径が狭いため特に発生の可能性が高くなります。
- パックドカラムの取り付け状態を確認します。ジェットの底またはトランスファチューブの端がカラムの端まで延びています。これが塞いでいるガラスウールに触れると、スパイクが発生します。
- ジェットが適切なものかどうか調べます。以下を参照してください。

マイクロ電子捕獲型検出器（uECD）のノイズと感度

注意

検出器を分解したり、加熱以外の方法でクリーニングしたりすることができるのは、放射性物質の取り扱い訓練を受 けた、適切な有資格者に限られます。加熱以外の手順では、微量の放射性 63Ni が除去され、有害な放射線放射にさらされる原因になる場合があります。

警告

放射性物質による地域の有害な汚染を防止するため、検出器の排気は必ず換気ドラフトに接続するか、または地域の規制に準拠して排出する必要があります。

ECD に関連する動作の問題としては、感度の低下（実際の低下またはそのような認識）、シグナルのバックグラウンドが高くなること、ベースラインのノイズ、および注入されているサンプルの特性ではないクロマトグラフのピークまたは隆起などがありますが、これがすべてではありません。

GC のフロントキーパッド読み取りのような、シグナル出力の増加を伴わない問題では、クロマトグラフシステムのその他の部分を確認してから検出器を疑います。

大々的にトラブルシューティングを開始する前に、まず問題の性質を確認します。

1 最近、キャリアガスや検出器のガスの変更、注入口やカラムのメンテナンス、またはカラムの交換など、システムに変更があった場合は、汚染または漏れが発生した可能性を調べます。

2 問題が慢性的で、現在分析に干渉するほど大きい場合は、汚染、カラムの劣化、また最終的には ECD セルの不具合が疑われます。

以下も参照してください。

“ シグナル評価の表示 ”

“ 感度 ”

シグナル評価の表示

最初に確認するのは、GC がアイドル状態の時のシグナルの値です。「アイドル」状態のシグナルのレベルは、キャリアガスと検出器のガスのタイプおよび品質によって変わり、またフローとアプリケーションによっても変わります。状況によってさまざまである場合がありますが、一般

的には、次の値が当てはまります（表 3）。図 3, “ 一般的な ECD ライフサイクル,” 55 ページ は、uECD の一般的なライフサイクルの段階を示します。

表 3 uECD シグナルの評価

ECD シグナル	コメント
<200	uECD は「健康」です。
200 ～ 400	少々高めですが、現時点では心配ありません。シグナルはまだ「良好」の範囲にあります。
400 ～ 1000	システムは、ガス、カラム、またはサンプルの汚染を知らせています。オーブンの温度を上げるとシグナルが上昇する場合は、カラムの汚染が疑われます。
1000 ～ 2000	さらに深刻な汚染が疑われます。トラブルシューティングのガイドラインに従ってください。
>2000	次の手順でうまくいかない場合は、uECD セルの汚染が疑われます。

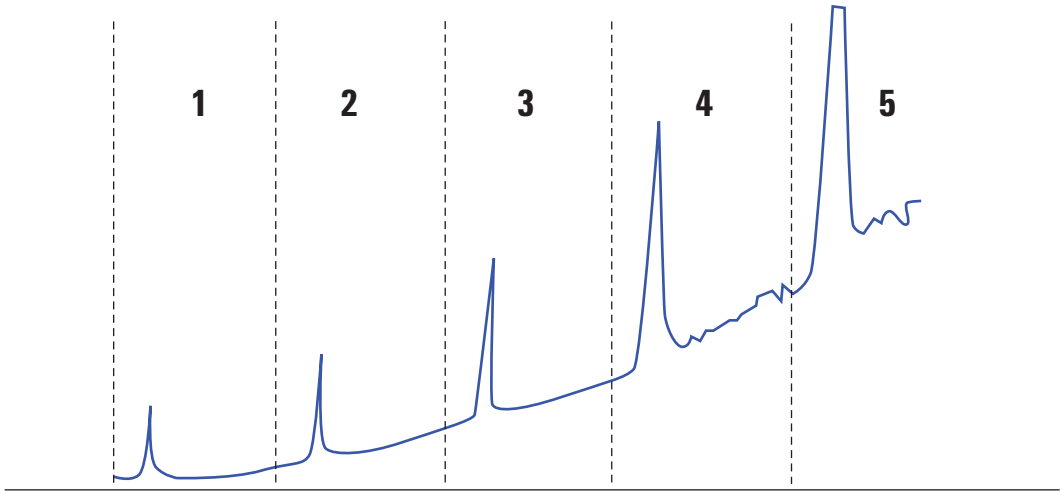
注記

冷えたシステムで開始し感度の高い操作を確実に行いたい場合は特に、uECD ベースラインが完全に安定するのに 24 時間かかります。より正確な結果を得るには、周波数テストを実行する前に、通常の操作条件でなるべく長く（最低 2 時間、最長 24 時間）、検出器を実行します。

未使用の注入口に注入する予定がある場合は、低ブリードのセプタムを使用する必要があります。セプタムは、注入口で使用する前に数時間、1 ～ 5 mL/min のキャリアガス流量で必ずコンディショニングします。

図 3 一般的な ECD ライフサイクル

一般的な ECD ライフサイクルの段階



段階 1:新しいセル
バックグラウンド = 100 Hz。セルは、Agilent シグナル / ノイズ（S/N）基準に合致します。
段階 2:6 か月～ 1 年
バックグラウンド = 180 Hz。反応が増加します。
段階 3:1 ～ 2 年
バックグラウンド = 350 Hz。反応が多くなり、ノイズが増加し、S/N が低下します。
段階 4:2 ～ 4 年
バックグラウンド > 500 Hz。ベースラインにノイズがあり、マイナスピークがあります。熱クリーニングの必要があります。
段階 5:4 ～ 10 年
バックグラウンド > 1000 Hz。非常に大きく反応します。ノイズが非常に多く、セルが汚染されています。セルの交換が必要です。

感度

ECD は「良好」なシグナル範囲にあり、感度が問題になる場合は、問題はおそらく注入口あるいはカラムにあります。以下の問題を調べます。

1 スプリットおよびスプリットレスモードで注入口を使用している場合は、モードが変更されていないこと、およびスプリットバルブが機能していることを確認します。これは、他のメソッドパラメータは同じにしたままで、最初にスプリット、次にスプリットレス注入を行った場合に、対応して反応に変化があるかどうかを調べることで確認できます。スプリットモードを使用している場合は、流量計を使用してスプリット流量を確認します。

2 すべての流量を確認します。“FID、TCD、μECD、および FPD 流量の測定” を参照してください。

3 注入口のメンテナンスがすべて完了していることを確認します。メンテナンスには、カラムの切り取りや再取り付けが含まれます。

4 注入機器が正しく動作していることを確認します。サンプリングバルブを使用するメソッドでは、バルブによって発生したものと同じ濃度でのシリンジへの直接注入を行います。バルブの問題を除外します。

5 メークアップガスアダプタのミキシングライナーを調べます。グラファイトまたはサンプルのごく小さな汚染でも、感度を低下させます。「To Replace the uECD Fused Silica Indented Mixing Liner and Install the Makeup Gas Adapter」を参照してください。

汚染（高ベースライン）

ECD のベースラインが、その段階で予測されるものより高い場合は、以下を確認します。

- 原因としてその他の可能性は排除してください。上記の “ 感度 ” を参照してください。また、キャリアガスおよび検出器ガス供給、供給ガスのトラップ、およびカラムも確認してください。
- メークアップガスアダプタのミキシングライナーを調べます。ごくわずかなグラファイトでも、汚染の原因になります。「To Replace the uECD Fused Silica Indented Mixing Liner and Install the Makeup Gas Adapter」を参照してください。
- 検出器のベースラインが 500 Hz より大きい場合は、検出器の使用年数に関係なく、検出器を焼き出しします。1 ～ 2 日間実行してください。

ピーク面積が小さい、または高さが低い（感度低下）

- スプリットモードで注入口を使用している場合は、スプリット比を確認します。
- 漏れをチェックします（“リーク検査” を参照)。スプリット / スプリットレス注入口の少量の漏れをトラブルシューティングするには、スプリット / スプリットレス注入口に漏れがないか調べるを参照してください。
- 注入口に汚染がないか調べます（「“ 汚染またはキャリーオーバー ”」を参照してください)。
- カラムをひとつひとつ調べ、それぞれの端が正しく切断され、取り付けられていることを確認します。
- カラムタイプが正しいことを確認します。
- カラムのメンテナンスを行います。汚染物質を焼き出しし、注入口付近のカラムの汚染部分を取り除き、必要に応じてカラムを反転し、焼き出しします。
- ライナタイプがサンプルに適したものであることを確認します。
- 検出器の流量設定が正しいことを確認します。

  検出器の実際の流量を測定します。実際の流量が GC 表示値と一致しない場合は、たとえばジェットの詰まりなどの汚染や抵抗がないか確認します。以下を参照してください。

  - 検出器流量を測定する
  - FID ジェットの詰まりを調べる
  - NPD ジェットの詰まりを調べる
- 供給ガスの純度を確認します。
- すべてのトラップインジケータとトラップの前回交換日付を確認します。
- メソッドパラメータが正しいことを確認します。
- 一部のサンプルは熱や紫外線によって変化します。サンプルの安定性を確認します。
- コンフィグレーション済みのシリンジサイズを確認します。シリンジサイズの中には、半分の容量が指定されているものもあります。バレルの上部ではなくバレルの半分の高さの位置にシリンジ最大量のマークがある場合は、シリンジサイズのコンフィグレーション時にはラベルに表示されている量の **2 倍の量**を入力します。
- ベースラインの上昇に伴うピーク面積または高さの減少が、急激に変化するというより緩やかである場合は、検出器に汚染がないか調べます。検出器を焼き出しします（FID、TCD、uECD)。

FID を使用する場合は、以下の手順を実行します。

- 正しいジェットが取り付けられていることを確認します。
- ジェットに汚染がないか調べます。
- 検出器の部品に汚染がないか調べます。
  - FID コレクタアセンブリのメンテナンス
  - FID ジェットの詰まりを調べる

μECD を使用する場合は、以下の手順を実行します。

- フューズドシリカライナー（μECD 用）を交換します。
- カラムを交換して元通りに取り付けます。

NPD を使用する場合は、以下の手順を実行します。

- 検出器に汚染がないか調べます。
- セラミックインシュレータを交換します。
- ビードを交換します。

FPD を使用する場合は、以下の手順を実行します。

- 正しくカラムが取り付けられていることを確認します。
- 正しくフィルタが取り付けられ、そのフィルタがクリーンであることを確認します。
- 流量を確認します。
- メークアップガスのタイプを確認します。

FID の感度低下を解決する

通常の使用方法では、FID によりコレクタ、インシュレータ、ジェット、その他に残滓が付着することがあります。汚染の集積を防ぐため、Agilent では検出器を 300 ℃以上の温度で使用することをお勧めします。ただし、通常の使用でも、ジェットには残滓が集積します（通常、カラムブリードからの白いシリカ、または黒の炭素系煤煙）。これらの残滓により感度が低下し、またこれが原因となってクロマトグラフのノイズやスパイクが発生します。ジェットは、定期的なクリーニングまたは交換が必要です。次の手順により、頻繁に発生する感度低下の原因を調べることができます。

ノイズ、うねり、またはドリフトに関連する感度低下については、“うねり、ドリフト、およびベースラインスパイクを含む、検出器のノイズ”も参照してください。

1 検出器の流量設定を確認します。「Recommended starting conditions for new FID methods」を参照してください。

  一般的には、水素対カラム + メークアップガスの流量比は 1:1 です。

2 検出器の実際の流量を測定します。“検出器流量を測定する”を参照してください。水素、メークアップ、およびキャピラリカラム

の実際の流量が GC 表示値より少ない場合は、ジェットが詰まりはじめています。“FID ジェットの詰まりを調べる” を参照してください。

3 カラムが正しく取り付けられていることを確認します。元通りに取り付けます。「FID にキャピラリカラムを取り付けるには」を参照してください。カラムが先端まで取り付けられ、1 〜 2 mm 引き出されていることを確認します（カラム内径は 100 μm 以上）。

4 スプリット比やスプリットレスパージ時間などの、排気を制御する注入口パラメータを確認します。サンプルが意図せず排出されていないことを確認します。

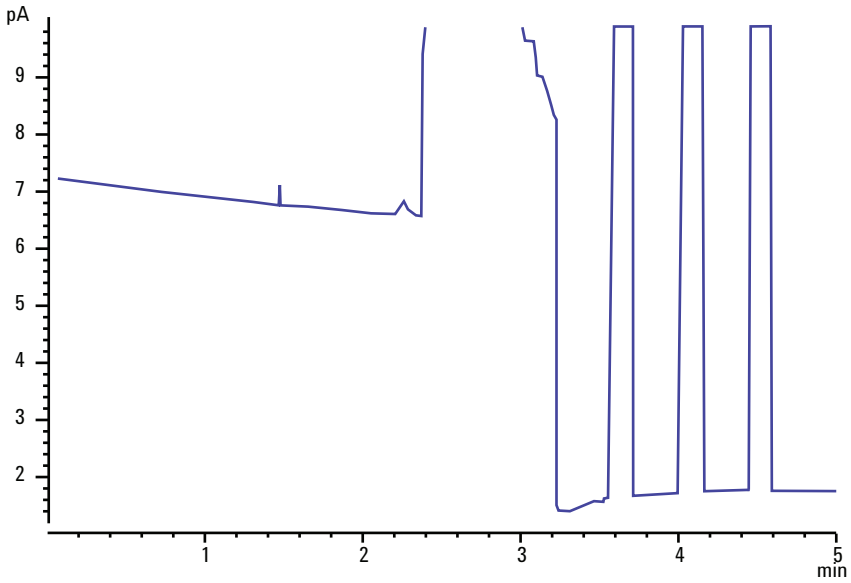
5 注入口のメンテナンス（消耗部品をすべて交換）を行い、完了したら注入口の圧力テストを行います。メンテナンスマニュアルと “リーク検査” を参照してください。

6 FID メンテナンスを完全に行います。FID を分解し、クリーニングするかすべての部品を交換します。以下を参照してください。

- FID コレクタアセンブリのメンテナンス

分析時に FID フレームが消え、再点火する

以下は、大きな溶媒ピークからのフレームアウトを示すクロマトグラムの例です。



フレームアウト後、GC は 3 回フレームを点火しようとします。GC は、検出器の出力が **Lit Offset (Lit オフセット)** 設定値より下がると再点火を試みます。これは、フレームが消火されたかどうかには関係ありません (非常にクリーンなシステムでは、ベースライン出力は 2 pA より低くなります)。

分析時に FID フレームが消えた場合は、以下の手順を実行します。

- フレームの消失が芳香族化合物のピークまたは水によるものかどうか確認します。
- ジェットに詰まりがないか調べます。
- ガスの流量設定が正しいことを確認します。**Lit Offset (Lit オフセット)** が正しく設定されていることを確認します。

FID フレームが点火しているのに再点火しようとしている場合は、以下の手順を実行します。

- FID **Lit offset (Lit オフセット)** 設定が分析に適したものであることを確認します (通常は 2.0 pA 以下)。
- フレームの消失が芳香族化合物のピークまたは水によるものかどうか確認します。
- ジェットの一部に詰まりがないか調べます。検出器の水素、空気、およびメークアップの実際の流量を測定します (「“ 検出器流量を測定する ”」を参照してください)。

- 検出器カラムフィッティングに漏れがないか調べます（「“ リーク検査 ”」を参照してください)。

FID ベースラインシグナルが 20 pA 以上になった

- キャリアガスと検出器ガスの純度を確認します。
- カラムにカラムブリードがないか検査します。オーブンの温度を室温に下げます。検出器の出力が大幅に下がる場合は、カラムの汚染またはブリーディング、あるいはキャリアガスの汚染が疑われます。カラム流量をオフにして（オーブンを冷却）検出器出力を調べ、カラムブリードを確認します。
- 供給ガスのトラップインジケータ / トラップの前回交換日付を調べ、トラップが寿命でないことを確認します。
- 最近のメンテナンスの後に検出器が元通りに正しく組み立てられていることを確認します。
- 検出器に汚染がないか検査します。検出器を焼き出しします。
- FID オフセット値が 2.0 pA 未満であることを確認します（“FID オフセット値の測定” を参照してください）。
- FID フローモジュールに汚染がないか確認します。

FID ベースライン出力が最大（～ 800 万）

FID 出力が非常に高い値（800 万カウントまで）で動かなくなっているように見える場合は、ショートしたコレクタがないか調べます。

1 スプリングが曲げられていないか調べます。コレクタアセンブリを取り除き、スプリングを目で見て調べます。コレクタアセンブリを

2 コレクタアセンブリを分解し、部品のどこかにさびの集積がないか目で見て調べます。コレクタアセンブリを必要に応じて部品を交換します。この問題を防ぐには、検出器を 300 ℃以上で操作します。

3 注入、または芳香族あるいは塩素系溶媒による炭化がないか検出器を調べます。この問題を防ぐには、検出器を 300 ℃以上で操作します。コレクタを組み立てて取り付け、空気および水素の高流量（空気は 450 mL/min、水素は 35 mL/min）を使用して検出器を動作させます。

分析時に FPD フレームが消え、再点火を試みる

分析時にフレームが消えた場合は、以下の手順を実行します。

- GC システム（特に検出器カラムフィッティング）に漏れがないか調べます（「“ リーク検査 ”」を参照してください）。
- 検出器の温度が 200 ℃以上に設定されていることを確認します。
- ベントチューブの中で凝縮した水が検出器に逆流していないことを確認します。水が正しく排出されるよう、検出器から排水タンクへ伸びているプラスチック製ベントチューブにたるみがあってはいけません。排水タンクでは、チューブの端が水に触れないようにしてください。

FPD フレームが消え、再点火された場合は、以下の手順を実行します。

- **Lit Offset（Lit オフセット）**設定が通常のベースラインよりも低いことを確認します。
- 漏れをチェックします（「“ リーク検査 ”」を参照してください）。
- 流量設定を確認し、検出器の実際の流量を測定します（「“ 検出器流量を測定する ”」を参照してください）。
- 以下のようなある種の環境条件では、注意が必要です。
  - 強い電磁場
  - 室内温度の変化が激しい
  - 大気圧の変化が激しい

  これらの場合は、GC のシグナルが人為的に低くなり、フレームが消えたという誤った情報が示されることがあります。その結果、分析が中止され、GC はすでに点火しているフレームへの再点火を試みます。

フレームが点火しているかどうかは、冷たくて光沢のある表面（鏡やレンチなど）を出口チューブにかざすことで確認できます。表面に水蒸気でくもりが生じれば、フレームが点火していることを示します。

Lit Offset（Lit オフセット）の値を 2.0 にリセットします。

FPD クエンチング / 再現性

炭化水素ピークにおける二酸化炭素濃度が高いときに、炭化水素クエンチングが起こります。一部の硫黄によって放射される光は、一部の二酸化炭素によって吸収されます。

ヘテロ原子種の濃度が高いと、セルフクエンチングが起こります。その他の基底状態の化学種（不活性）の中には、放射された光の粒子を再度吸収して、それが PMT に達するのを防ぐものがあります。

炭化水素のクエンチングを解決するには、以下の手順を実行します。

- カラムでは、硫黄またはリンを含む化合物、また光を吸収していないが吸収する可能性のある化合物を十分に分離します。
- 炭化水素ピークが硫黄またはリンピークから分離されるように最適化します。

1 すべてのピークを目で確認するため、最初に FID で分析を実行します（FPD は炭化水素を無視します）。

2 FPD で分析を実行します。

3 分析対象のピークが残りのピークと分離されるように、メソッドを修正します。

FPD 出力が高すぎるか、または低すぎる

- 正しいフィルタを使用していることを確認します。硫黄分析に最適化された流量の条件でリンフィルタを使用したり、リン分析に最適化されたガス流量の条件で硫黄フィルタを使用しないでください。
- カラムの検出器側取り付け位置を確認します。
- ガスの純度を確認します。
- 使用しているフィルタにあわせて流量が最適化されていることを確認します。FPD 出力値を監視します。次の表は、検出器に取り付けられたフィルタと使用しているガス流量が一致しない場合に検出器から出力される値の例を示します。

	出力	
ガス流量が最適化されている対象	**硫黄フィルタ**	**リンフィルタ**
硫黄	30 ～ 50	10 ～ 12（低）
リン	240 ～ 250 （高）	30 ～ 50

取り付けられているフィルタと特定のガス流量の不一致の他に、以下も確認します。

- Lit offset が 0.5 ～ 3.0 の場合は、フレームがオンであることを確認します。
- Lit offset が 0 の場合は、エレクトロメータがオフであるか、またはシグナルケーブルが接続されていないことを確認します。
- Lit offset が 30 より小さい場合は、フレームの位置が誤っていることがあります。検出器の流量、カラム流量、およびカラム位置を確認します。以下を参照してください。
  - カラム流量の測定
  - 検出器流量を測定する

FPD ピーク面積が小さい

- 流量設定を確認し、検出器の実際の流量を測定します（「“ 検出器流量を測定する ”」を参照してください）。
- 注入口のメンテナンスを行います。消耗部品をすべて交換し、注入口を焼き出しします。
- カラムのメンテナンスを行います。汚染物質を焼き出しし、注入口付近のカラムの汚染部分を取り除き、必要に応じてカラムを反転し、焼き出しします。
- カラムが正しく取り付けられていることを確認します。
- フィルタの種類を確認します（リンまたは硫黄）。
- システムに漏れがないか調べます（「“ リーク検査 ”」を参照してください）。
- メソッド設定が正しいことを確認します。
- 流量を確認します。
- メークアップガスのタイプを確認します。

FPD ピーク半値幅が大きい

FPD で発生するピークの半値幅が異常に大きい場合は、以下の手順を実行します。

- 実際の注入量を調べ、必要に応じて減らします。
- ライナーがサンプルと反応しないことを確認します。

FPD ベースライン出力が高い、20 pA 以上

- 供給ガスの純度を確認します。
- すべてのトラップインジケータとトラップの前回交換日付を確認します。
- 検出器に汚染がないか調べます。
- フォトマルチプライアチューブ（PMT）に光漏れがないか調べます。PMT が緩んでいる場合は締め付けます。
- 注入口のメンテナンスを行います。消耗部品をすべて交換し、注入口を焼き出しします。
- カラムのメンテナンスを行います。必要に応じて汚染物質を焼き出しします。

FPD クロマトグラフでピークが短縮される

ダイナミックレンジの上限で（特に硫黄を使用して）アプリケーションを使用する場合、機器の感度を下げなければならないことがあります。1000-1437 硫黄フィルタを、フィルタ部品番号 19256-80000 に交換します。次に検出器のガス流量を、リンのチェックアウトメソッドで使用されている値に設定します。これによりベースラインが上昇しますが、シグナル / ノイズ比はいくらか低下します。

どちらのソリューションでも、問題はないはずです。ただし、水素を使用する際は次の警告に注意してください。

警告

水素ガスは可燃性で、爆発する可能性があります。接続が完了するまで、水素ガスの元を必ずオフにしてください。また、機器を操作またはメンテナンスする前には、接続、ライン、およびバルブの漏れテストを行います。

NPD 溶媒クエンチング

溶媒ピーク後にベースラインが回復しない場合は、以下の手順を実行します。

- 溶媒ピーク付近で水素をオフ / オンにします。
- メークアップガスに窒素を使用します。
- カラムの流量とメークアップガスの合計を 10 mL/min 未満に設定します。
- 空気の流量を 10 mL/min 増加します。
- 検出器の温度を 325 ℃まで上げます。

NPD の感度が低い

- 注入口のメンテナンスを行います。消耗部品をすべて交換し、注入口を焼き出しします。
- カラムのメンテナンスを行います。必要に応じて汚染物質を焼き出しします。正しいカラムが取り付けられていることを確認します。
- 溶媒濃度が高いと、水素 / 空気プラズマが消えます。ビード電圧を上げます。流量 5 mL/min でメークアップガスを分析します。
- 水素が外部から供給されていることを確認します。キーボードで流量と圧力がオンになっていることを確認します。水素流量は 1.0 ～ 5.5 mL/min の間でなければなりません。検出器における実際のガス流量を測定します（「“ 検出器流量を測定する ”」を参照してください）。
- ジェットの一部に詰まりがないか調べます。FID ジェットの詰まりを調べるを参照してください。
- 上部セラミックインシュレータが汚染されている場合は、ビードがオフになるとオフセットが高くなります（2 ～ 15 pA 以上）。これは直接感度に影響します。
- ビードが活性化されていることを確認します。検出器リッドのベントホールから中を覗いて、ビードがオレンジ色に点灯しているかどうか目視で確認します。ビードが点灯していない場合は、検出器のバックグラウンドシグナルを確認します。ビード電圧を 0 に下げて参照レベルとし、ビード電圧の増加にともない出力が突然急激に増加するか確認します。これは、点火が起きたことを示します。ビードに 4 V が供給されているが点火しない場合は、ビードが燃え尽きていることが考えられます。ビードを交換します。
- インシュレータ / コレクタを交換します。
- 液層の汚染がないか確認します（極性カラム）。

NPD ベースライン出力が 800 万以上

- コレクタが検出器のハウジングにショートしています。コレクタとインシュレータを分解し、もう一度取り付けます。

NPD のオフセット調整が正しく機能しない

- ジェットに詰まりがないか目視で検査します（「NPD ジェットの詰まりを調べる」を参照してください）。
- 検出器の実際の流量を測定します（「検出器流量の測定」を参照してください）。水素の流量またはメークアップ流量がゼロまたは表示された流量より大幅に低い場合は、ジェットに詰まりがないか調べます。
- ビードの状態を確認します。必要に応じて交換します。
- 流量設定が正しいことを確認します。「Flows, temperatures, and bead information」を参照してください。
- それでもプロセスが失敗する場合は、システムに大きな漏れがある可能性があります。大きな漏れがあると流量の測定値が実際の流量と異なります。システム全体にわたって（特に検出器カラムフィッティングに）漏れがないか詳細に調べます（「リーク検査」を参照してください）。
- 平衡時間を 0.0 に設定します。

NPD の選択性が悪い

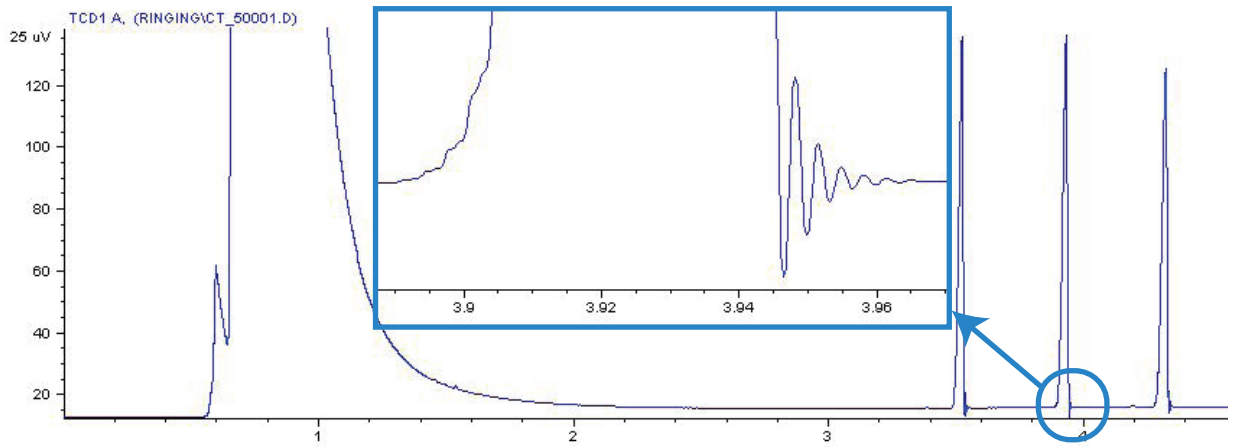
(窒素またはリンに比べて炭化水素の反応が大きい)

- 水素の流量が正しいことを確認します (3 mL/min 以下)。
- ビードを検査します。不具合があったり、寿命がきている可能性があります。
- 正しいビード電圧であることを確認します。
- コレクタとインシュレータを交換します。

TCD でマイナスピークが表示される

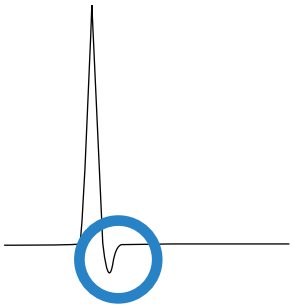
- 正しいガスタイプが設定されていることを確認します。
- システム（特に検出器カラムフィッティング）に漏れがないか調べます（「リーク検査」を参照してください）。
- 検体の熱伝導度をキャリアと比較して検討します。
- 流量設定を確認し、検出器の実際の流量を測定します（「検出器流量の測定」を参照してください）。

TCD ベースラインに振幅ノイズテーリングピークがある（ベースラインの振幅ノイズ）



データシステムで誤った取込速度が選択されています。TCD の取込速度は 5 Hz 以下でなければなりません。

TCD ピークのテールにマイナスのくぼみがある



- 検出器カラムアダプタフィッティングに漏れがないか調べます(「リーク検査」を参照してください)。
- 不活性フィラメントに検出器をアップグレードします。

4
GC ノットレディに関する現象

GC がレディにならない 80
流量がレディにならない 81
オーブン温度が下がらない / 下がり方が非常に遅い 82
オーブン温度が上がらない 83
温度がレディにならない 84
流量または圧力を設定できない 85
ガスが設定圧力または設定流量に達しない 86
ガスが設定圧力または設定流量を超える 87
注入口の圧力または流量が変動する 88
スプリット注入口の設定圧力を維持できず、圧力が上昇する 89
カラム流量の測定値が表示流量と異なる 90
FID が点火しない 91
点火シーケンス時に FID イグナイタが点灯しない 92
FID または NPD で測定された水素ガスとメークアップガス流量が設定値より大幅に少ない 93
NPD のオフセット調整中にエラーが発生する 94
FPD が点火しない 95
バルブがノットレディ 97

このセクションには、GC がオンになっているのに分析を実行できないときに発生する不具合と現象が記載されています。これは 「Not Ready（ノットレディ）」の警告、エラーメッセージ、またはその他の現象によって示されます。

GC がレディにならない

通常は、流量と温度が設定値に達すると GC がレディ（Ready）になります。長時間経過しても GC がレディにならない場合は、以下の手順を実行します。

- **[Status]** またはコンポーネントキー（**[Front inlet]** など）を押して、どの設定値または条件がノットレディであるか確認します。
- サンプラに問題がないか調べます。
- データシステムに問題がないか調べます。
- スプリットレスモードまたはガスセーバーモードでマニュアルで注入を行う場合は、**[Prep Run]** を押して注入準備をする必要があることもあります。プレランを押すと以下の準備が整います。
  - スプリットレス注入の前に注入口パージバルブを閉じる
  - パルスドの場合、パルスド注入の条件に変更
  - ガスセーバーがオフになる

  [Prep Run] の詳細については、『Agilent 7820 GC Advanced User Guide』を参照してください。

流量がレディにならない

ガス流量がレディにならない場合は、以下の項目を調べます。

- 供給ガスの元力が十分か確認します。
- Aux　EPC　モジュールに取り付けられているリストリクタを調べます。
- コンフィグレーションしたガスのタイプを確認します。コンフィグレーションしたガスのタイプは、GC に配管されている実際のガスと同じでなければなりません。
- ガス配管と GC に漏れがないか調べます（「リーク検査」を参照してください）。

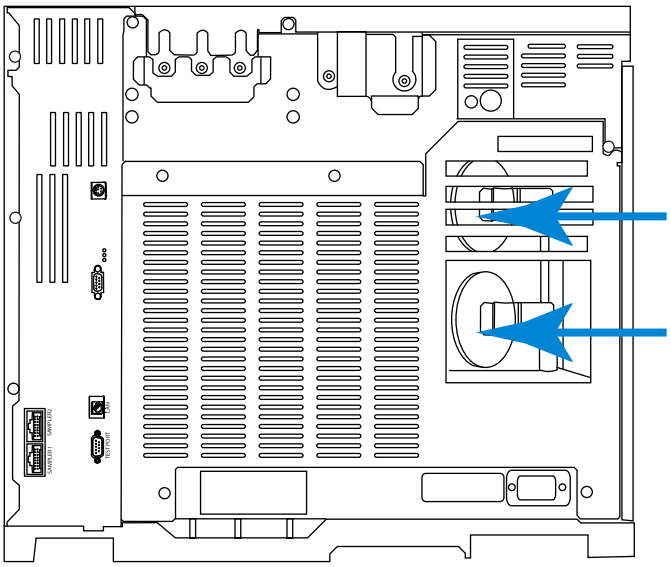
オーブン温度が下がらない / 下がり方が非常に遅い

オーブンの温度が下がらなかったり、下がり方が非常に遅い場合は、以下の手順を実行します。

警告 **GC 背面から出ている排気は非常に高温です。排気ベントに手や顔を近づけないでください。**

- オーブンフラップが動作していることを確認します。
  1. オーブン温度を現在より 20 ℃以上低い温度にします。
  2. GC 背面のオーブンフラップが**開いている**ことを確認します。ファンが動作していることを耳で確認します。以下の図に、2 つのオーブンフラップの位置を示します。

     フラップがスムーズに動作しない場合は、修理について担当の販売店にお問い合わせください。



オーブン温度が上がらない

- [Status] を押してエラーがある場合は、担当の販売店へご連絡ください。

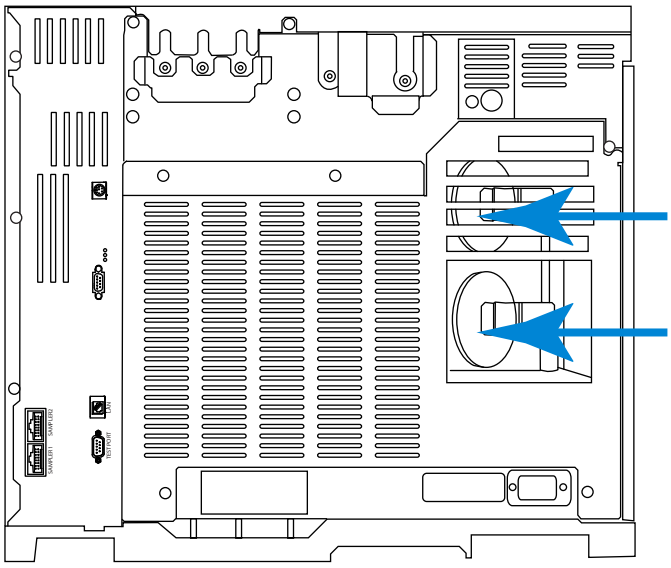
警告 **GC 背面から出ている排気は非常に高温です。排気ベントに手や顔を近づけないでください。**

- GC の電源を入れ直します。
- オーブンフラップが動作していることを確認します。

1 オーブンの温度を現在より 20 ℃以上高い温度にします。

2 GC 背面のオーブンフラップが**閉じている**ことを確認します。以下の図に、2 つのオーブンフラップの位置を示します。

フラップが閉じない場合、またはフラップは閉じているのにオーブンの温度が上がらない場合は、担当の販売店にお問い合わせください。



温度がレディにならない

GC がレディと見なされるには、30 秒間にわたって温度が設定値の ±1 ℃でなければなりません。温度がレディにならない場合は、以下の手順を実行します。

- 注入口または検出器に断熱カップが取り付けられていることを確認します。
- オーブンと、注入口または検出器の間に非常に大きな温度差がないか調べます。
- 注入口または検出器のまわりに断熱が施されているか調べます。

流量または圧力を設定できない

スプリット/スプリットレス注入口を使用して流量または圧力を設定できない場合は、以下の手順を実行します。

- カラムモードを確認します。
- キャピラリカラムが正しい注入口にコンフィグレーションされていることを確認します。
- コンフィグレーション済みカラムの寸法を確認します。
- 流量がオンになっていることを確認します。

ガスが設定圧力または設定流量に達しない

注入口が圧力設定値に達しない場合は、注入口のタイプによって定められている時間でシャットダウンします。以下を行います。

- 供給ガスの元圧が十分か調べます。元圧は目的の設定値よりも 10 psi（69 kPa）以上大きくなければなりません。
- 漏れをチェックします（「リーク検査」を参照してください）。システムに大きな漏れがある可能性があります。電子式リークディテクタを使用して漏れを見つけ、これを修正します。カラムを必ずチェックしてください。カラムが壊れていると、非常に大きな漏れが発生します。
- ガスセーバーを使用する場合は、分析時に使用されるカラムヘッド圧を保つのに十分なガスセーバー流量があることを確認します。
- カラムが適切に取り付けられていることを確認します。
- 不具合のある注入口あるいは検出器の圧力センサーがないか調べます。

スプリット / スプリットレス注入口を使用している場合は、以下の手順を実行します。

- スプリット比を確認します。スプリット流量を上げます。

ガスが設定圧力または設定流量を超える

ガスが圧力または流量の設定値を超える場合は、以下の手順を実行します。

スプリット / スプリットレス注入口を使用している場合は、以下の手順を実行します。

- スプリット比を下げます。
- スプリットベントフィルタを交換します。
- ライナーを使用する場合は、適切なライナーが選択されていることを確認します。
- SS 注入口のメソッドの圧力設定が、GC で利用できる可能な最低設定値を上回ることを確認します。
- ゴールドシールに汚染がないか調べます。「スプリット / スプリットレス注入口のゴールドシールを交換する」を参照してください。

FID または NPD を使用している場合は、以下の手順を実行します。

- ジェットに詰まりがないか調べます。「FID ジェットの詰まりを調べる」または「NPD ジェットの詰まりを調べる」を参照してください。

バルブについては、以下の手順を実行します。

- ローターの取り付け位置が間違っていないか調べます。ローターの位置を合わせます。

注入口の圧力または流量が変動する

注入口圧力の変動は、分析時の流量とリテンションタイム変動の原因になります。以下を行います。

- ガストラップまたはガスジェネレータが容量限界または容量限界付近で動作していないか調べます。
- 供給ガスの元力が十分か確認します。
- 供給圧力レギュレータが正しく機能していることを確認します。長い供給用チューブを使用するシステムでは、GC 近くに下降レギュレータが必要な場合があります。また、ガスジェネレータが原因の変動を取り除くため、追加のレギュレータも使用します。
- 漏れをチェックします（「リーク検査」を参照してください）。システムに大きな漏れがある可能性があります。電子式リークディテクタを使用して漏れを見つけ、これを修正します。カラムを必ずチェックしてください。カラムが壊れていると、非常に大きな漏れが発生します。
- 注入口ライナーまたはスプリットベントトラップに大きな抵抗がないか調べます。
- 適切なライナーが取り付けられていることを確認します。ライナーの中には、設計またはきつい梱包のため圧力が大幅に低下しているものがあります。
- 分析の間に極端な室温の変化がないことを確認します。実験室温度の問題を修正するか、機器をより適切な位置に動かします。
- 自動流量ゼロ機能がオンであることを確認します。「AutoFlowZero」を参照してください。

スプリット注入口の設定圧力を維持できず、圧力が上昇する

GC が設定圧力を維持できず、圧力が上昇する場合は、以下の項目を確認します。

- スプリット分析用に設計されたライナーが使用されているか調べます。
- メソッドの圧力パラメータ（または流量設定により得られた圧力）が、キャリッジガスタイプに対して低すぎます。
- ライナーに詰まりがないか調べます。
- スプリットベントラインに汚染または抵抗がないか調べます。以下を参照してください。
  - SS スプリットベント抵抗テストを実行する
  - スプリットベントラインに汚染がないか調べる
- スプリット / スプリットレス注入口では、ゴールドシールを交換します。

カラム流量の測定値が表示流量と異なる

実際のカラム流量が GC に表示されている計算流量と 10% 以内で異なる場合は、以下の手順を実行します。

- 流量の実測値が 25 ℃および 1 気圧に合わせて修正されていることを確認します。
- 実際の（切り取った）カラムの長さを含め、カラムの正しい寸法が正確にコンフィグレーションされていることを確認します。
- 内径 0.58 ～ 0/75 mm の短い（15 m 未満）WCOT カラムが、スプリット/スプリットレスキャピラリ注入口で使用されています。トータルフローコントローラは高流量に設定されており、そのため注入口にある程度の圧力がかかって、設定圧力が 0 でもカラム流量が発生します（この場合、設定値が 0 でも実際の圧力が画面に表示されることがあります）。530 ～ 750 mm の短いカラムでは、全流量を可能な限り低く保ちます（たとえば 20 ～ 30 mL/min）。抵抗の高い、長いカラムを取り付けます（たとえば 15 ～ 30 m）。
- スプリットベントラインまたはトラップの一部が詰まると、実際の注入口圧力が設定圧力よりも高くなります。スプリットベントラインに抵抗がないか調べます。
- 自動流量ゼロを必ずオンにします。場合によっては、フローと、フローモジュールの圧力センサーを 0 にします。これで問題が解決しない場合は、フローモジュールを交換します。

FID が点火しない

- Lit Offset（点火オフセット）が 2.0 pA 未満であることを確認します。
- FID が点火に必要な温度であることを確認します（>150 ℃）。Agilent では、300 ℃以上で FID を動作させることを推奨しています。
- 点火シーケンス時に FID イグナイタが点灯することを確認します（「点火シーケンス時の FID イグナイタ機能の確認」を参照してください）。
- 水素と空気の圧力が、Agilent の推奨レベルに合致することを確認します（水素は 35 psi [210 kPa] 以上、空気は 55 psi [380 kPa] 以上）。
- FID フローモジュールへの供給圧力増加を試します。これにより、設定値を変更しなくても点火しやすくなります。
- 点火するまで水素および空気の流量を増加させ、その後メソッドの値まで流量を減らします。最適値を求める実験を行います。
- ジェットが完全に、もしくは部分的に詰まっていないか調べます（「FID ジェットの詰まりを調べる」を参照してください）。
- FID の流量を確認します。実際の流量は、設定値の +/-10% でなければなりません水素と空気の比率は点火に大きな影響があります。流量設定が適切でないと、点火しないことがあります（「検出器流量の測定」を参照してください）。
- それでもフレームが点火しない場合は、システムに大きな漏れがある可能性があります。大きな漏れがあると流量の測定値が実際の流量と異なり、点火しない原因になります。システム全体にわたって（特に FID のカラムフィッティングに）漏れがないか詳細に調べます（「リーク検査」を参照してください）。
- カラムの流量を確認します。（「カラム流量を測定する」を参照してください）。水素の流量は、カラム流量とメークアップ流量の合計より大きい必要があります。
- 可能な場合は、メークアップとしてヘリウムの代わりに窒素を利用します。

点火シーケンス時に FID イグナイタが点灯しない

警告 **この作業を行っている間は、顔や手を FID 上部から十分に離して安全を保ちます。FID の水素炎は見えません。**

1 検出器の上部カバーを取り外します。

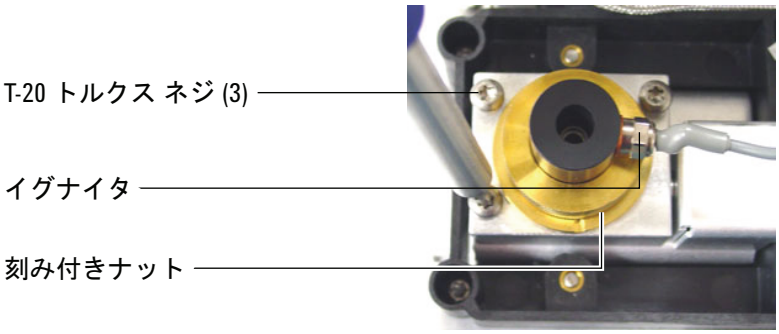
2 FID フレームを**オン**にします。

3 FID 上部よりイグナイタプラグを観察します。点火シーケンスではイグナイタが点灯しなければなりません。

イグナイタが点灯しない場合は、以下の原因が考えられないか調べます。

- イグナイタに不具合のある可能性があります。イグナイタを交換します
- 検出器の温度が 150 ℃より低く設定されています。Agilent では、300 ℃以上で FID を動作させることを推奨しています。
- イグナイタからアースへの回路に接続不良があります。
  - イグナイタは FID キャッスルアセンブリにネジでしっかりと固定されていなければなりません。
  - コレクタアセンブリを固定する 3 つの T-20 トルクスネジがしっかりと締め付けられていなければなりません。
  - FID キャッスルアセンブリを固定する刻み付き真ちゅうナットがしっかりと締め付けられていなければなりません。

  これらの部品が腐食したり酸化した場合は、FID メンテナンスを行います。



FID または NPD で測定された水素ガスとメークアップガス流量が設定値より大幅に少ない

- ジェットが完全に、もしくは部分的に詰まっていないか調べます。ジェットが詰まっていると、逆圧が生じます。フローモジュールは圧力コントロールを使用するため、逆圧が増加すると適切な流量であるかのように見えます。実際の流量は低下しているのに、GC は有効なままです。以下を参照してください。

  “FID ジェットの詰まりを調べる

  “NPD ジェットの詰まりを調べる
- 検出器ベースで、カラムフィッティングに漏れがないか調べます。
- FID または NPD ジェットを交換します。

NPD のオフセット調整中にエラーが発生する

- ジェットに詰まりがないか目視で検査します（「NPD ジェットの詰まりを調べる」を参照してください）。
- 検出器の実際の流量を測定します（「検出器流量の測定」を参照してください）。水素の流量またはメークアップ流量がゼロまたは表示された流量より大幅に低い場合は、ジェットに詰まりがないか調べます。
- ビードの状態を確認します。必要に応じて交換します。
- 流量設定が正しいことを確認します。「Flows, temperatures, and bead information」を参照してください。
- それでもプロセスが失敗する場合は、システムに大きな漏れがある可能性があります。大きな漏れがあると流量の測定値が実際の流量と異なります。システム全体にわたって（特に検出器カラムフィッティングに）漏れがないか詳細に調べます（「リーク検査」を参照してください）。
- 平衡時間を 0.0 に設定します。

FPD が点火しない

- FPD が点火に必要な温度であることを確認します（150 ℃以上）。
- FPD 流量をチェックし、その流量が FPD に取り付けられているフィルタのタイプに合っていることを確認します。水素と空気の比率は点火に大きな影響があります。流量設定が適切でないと、点火しないことがあります

表 4　FPD 推奨流量

	硫黄モード流量、mL/min	リンモード流量、mL/min
キャリア（水素、ヘリウム、窒素、アルゴン）		
パックドカラム	10 ～ 60	10 ～ 60
キャピラリカラム	1 ～ 5	1 ～ 5
検出器ガス		
水素	50	75
エアー	60	100
キャリアガス + メークアップ	60	60

- 検出器の実際の流量を測定します（「検出器流量の測定」を参照してください）。
- FPD イグナイタが動作することを確認します（「FPD フレーム点火の確認」を参照してください）。
- 点火シーケンスの間、エアー流量を表示します。エアー流量は、点火を試みている間は 200 mL/ 分に達しなければなりません。達していない場合は、供給圧力が不十分です。
- **Lit Offset（点火オフセット）**の値を確認します。通常は、**Lit Offset（点火オフセット）**の値は 2.0 です。Lit offset（点火オフセット）の値がゼロだと、自動点火はオフになります。この値が大きすぎると、点火しても GC に認識されず、検出器がシャットダウンされます。
- それでもフレームが点火しない場合は、システムに大きな漏れがある可能性があります。大きな漏れがあると流量の測定値が実際の流量と異なり、点火しない原因になります。システム全体にわたって漏れがないか詳細に調べます（「リーク検査」を参照してください）。
- FPD　フローモジュールへの供給圧力増加を試します。これにより、設定値を変更しなくても点火しやすくなります。

- 操作条件によっては、プラスチック製ベントチューブを取り外すと簡単に点火する場合があります。点火後に、ベントチューブを再度取り付けます。
- 硫黄モードでは特に点火がむずかしい場合があります。リンモードフローへの変更を試みてから点火し、フローを徐々に硫黄値に変更していきます。
- カップリングへの接続とグロープラグへの接続をチェックして、グロープラグが締められていることを確認します。

バルブがノットレディ

トラブルシューティングは、バルブのタイプにより異なります。

ガスサンプリングバルブ

GC は通常、注入時間またはロード時間が経過していない場合は常にノットレディになります。指定されたロード時間または注入時間が過ぎてはじめて、レディになります。

4 GC ノットレディに関する現象

5
シャットダウンに関する現象

カラムのシャットダウン 100
水素のシャットダウン 101
加熱部シャットダウン 103

カラムのシャットダウン

GC は注入口と AUX ガスの流れを監視します。キャリアガス（AUX フローモジュールも含まれることがあります）が流量設定値または圧力設定値を達成できない場合、GC は漏れが発生したものと見なします。25 秒後に警告音を鳴らし、その後も間隔をあけて警告音を鳴らし続けます。約 5 分たつと GC はコンポーネントをシャットダウンして安全な状態にします。GC は以下の手順を実行します。

- **Front inlet pressure shutdown（フロント注入口圧力シャットダウン）**と表示します。
- カラムの破損を防ぐためにオフになります。
- オーブン背面のオーブンフラップを半分だけ開きます。
- オーブン温度設定値 **Off（オフ）**を点滅させます。
- カラムの流量はすべてがオフになります。これらのパラメータを表示すると、**Off（オフ）**が点滅しています。たとえば、スプリット/スプリットレス注入口のカラム流量がオフになります。
- 他のすべてのヒーターがオフになります。これらのヒーターの温度パラメータを表示すると、**Off（オフ）**が点滅しています。
- シャットダウンオフにされた加熱部をオンにしようとすると、エラーメッセージが表示されてオンにできません。
- TCD フィラメントをオフにします。
- FID または FPD イグナイタ、およびエアーと燃料ガス流量をオフにします。
- NPD ビード、およびエアーと燃料ガス流量をオフにします。

この状態から回復するには、以下の手順を実行します。

1 シャットダウンの原因を解決します。キャリアガスの供給源を確認します。GC では、供給されるガス圧力は、分析で使用される最大圧力より 10 psi（70 kPa）以上高い必要があります。
   - 注入口近くのカラムに破損がないか調べます。
   - 漏れをチェックします。
   - 注入口セプタムを交換します。
   - 注入口 O-リングを交換します。
   - 供給圧力を確認します。

2 シャットダウンの原因となったデバイスのキーを押します。**Off（オフ）**と点滅しているニューマティクスパラメータまでスクロールし、**[On]** または **[Off]** を押します。

   たとえば、フロント注入口のキャリアガスがなくなった場合は、**[Front Inlet]** を押し、圧力パラメータまたは流量パラメータまでスクロールし、**[On]** を押します。

水素のシャットダウン

水素ガスは、キャリアガスとしてまたは検出器によってはその燃焼ガスとして使用されることがあります。空気と混ざると、水素は爆発性混合物になることがあります。

GC は注入口と AUX ガスの流れを監視します。流量が流量設定値または圧力設定値を達成できず、水素を使用するようにコンフィグレーションされている場合、GC は漏れが発生したものと見なします。25 秒後に警告音を鳴らし、その後も間隔をあけて警告音を鳴らし続けます。約 5 分たつと GC はコンポーネントをシャットダウンして安全な状態にします。GC は以下の手順を実行します。

- **Hydrogen Safety Shutdown（水素セーフティシャットダウン）**と表示します。
- 注入口へのキャリアガスのバルブを閉じて、圧力コントロールと流量コントロールの両方をオフにします。これらのパラメータを表示すると、**Off（オフ）**が点滅しています。
- スプリット / スプリットレス注入口のスプリットベントバルブを開きます。
- オーブンヒーターとファンがオフになり、オーブンフラップも開きます。
- すべてのヒーターをオフにします（バルブボックスヒーターおよびトランスファラインヒーターなど、AUX ヒーターコントロールに接続されたデバイスを含む）。これらのパラメータを表示すると、**Off（オフ）**が点滅しています。
- TCD フィラメントをオフにします。
- FID または FPD イグナイタ、およびエアーと燃料ガス流量をオフにします。
- NPD ビード、およびエアーと燃料ガス流量をオフにします。
- 警告音が鳴ります。

警告

GC は、検出器ガスフロー中の漏れを検出することができません。そのため、FID、NPD、および水素を使用するその他の検出器のカラムフィッティングにカラムが必ず取り付けられているか、そうでなければキャップやプラグが取り付けられていることが不可欠で、さらに GC が水素フローであることを把握できるように水素がコンフィグレーショ ンされていることが不可欠です。

水素シャットダウン状態から回復するには、以下の手順を実行します。

1 以下のようにシャットダウンの原因を解決します。

- 注入口セプタムを交換します。メンテナンスマニュアルを参照してください。
- 注入口 O- リングを交換します。メンテナンスマニュアルを参照してください。
- カラムに破損がないか調べます。
- 供給圧力を確認します。
- システムに漏れがないか調べますリーク検査のヒントを参照してください。

2 GC の電源を入れ直します。

3 GC の電源が再度オンになったら、シャットダウンの原因となったデバイスのキーを押します。**Off（オフ）**と点滅しているニューマティクスパラメータまでスクロールし、**[On]** または **[Off]** を押します。たとえば、フロント注入口のキャリアガスがなくなった場合は、**[Front Inlet]** を押し、圧力パラメータまたは流量パラメータまでスクロールし、**[On]** を押します。

加熱部シャットダウン

加熱部エラーは、オーブンまたはその他の加熱部が許容温度範囲から外れていることを意味します（最低温度よりも低いか、または最高温度よりも高い）。次のようないくつかの原因が考えられます。

- 機器に供給される電気の問題
- 領域制御電子機器の異常
- 温度センサーのショート
- ヒーターのショート

この状態から回復するには、以下の手順を実行します。

1 以下のようにシャットダウンの原因を解決します。
   - 断熱材が外れていないか調べます。
2 加熱部シャットダウンの多くは、加熱部分をオフにすることでクリアすることができます。

5 シャットダウンに関する現象

6
GC の電源オンおよび通信に関する現象

GC がオンにならない 106
PC が GC と通信できない 107
GC がオンになっても、起動中に停止する（セルフテスト時） 108

GC がオンにならない

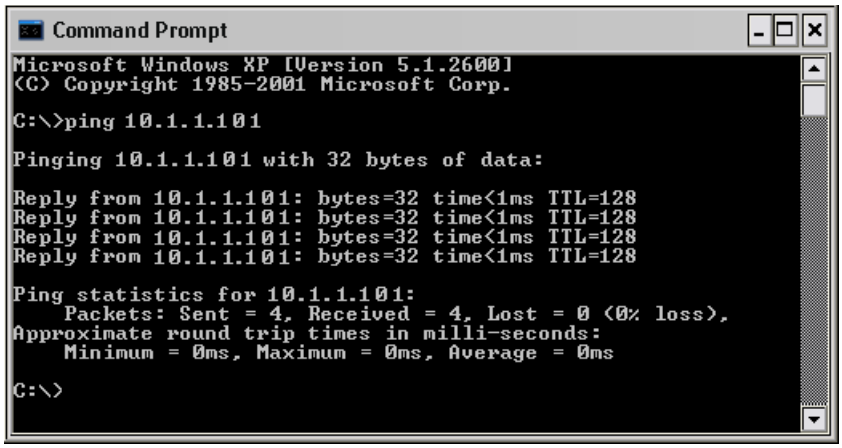
GC がオンにならない場合は、以下の手順を実行します。

- 電源コードを確認します。
- 建物の電源を確認します。
- 問題が GC にある場合は、GC の電源を切ります。30 秒間待ってから、GC の電源を入れます。

PC が GC と通信できない

- **ping** テストを実行します。

  MS-DOS の **ping** コマンドによって TCP/IP 接続による通信を確認します。このコマンドを使用するには、コマンドプロンプトウィンドウを開きます。**ping** に続いて IP アドレスを入力します。たとえば IP アドレスが 10.1.1.101 の場合は、「**ping 10.1.1.101**」と入力します。LAN 通信が正しく動作している場合は、Reply が表示されます。次の図はその例です。



ping テストがうまくいったら、ソフトウェアのコンフィグレーションを調べます。

ping テストがうまくいかなかったら、以下の手順を実行します。

- LAN の配線を調べます。
- IP アドレス、サブネットマスク、およびゲートウェイアドレスを確認します。
- すべてのネットワーク機器（ハブ、スイッチ、その他）がオンになっていて、正しく接続され動作していることを確認します。
- PC に不具合のある LAN カードがないか調べます。
- GC に他のソフトウェアが接続されていないか調べます。たとえば、GC には一度に複数のソフトウェアキーパッドを接続することはできません。Agilent データシステムでは、他のデータシステムによる接続も遮断します。

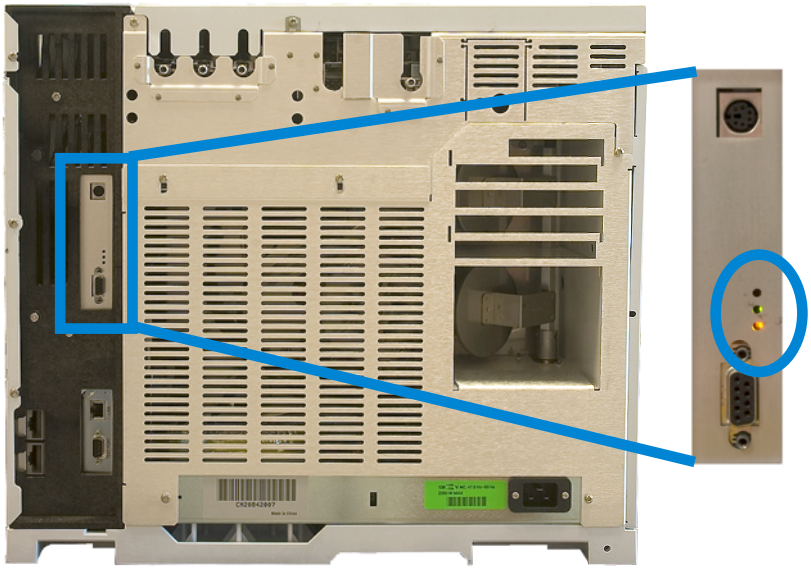
GC がオンになっても、起動中に停止する（セルフテスト時）

GC がオンになっても、通常画面が表示されない場合は、以下の手順を実行します。

1 GC の電源スイッチを**オフ**にします。1 分待ってから、GC の電源を**オン**にします。

2 GC が通常の状態に戻らない場合は、画面に表示されるメッセージを記録します。GC 背面パネルを観察して REMOTE コネクタの上にある LED ステータスライト（緑、黄色、または赤）を探し、それらが点滅しているか点灯しているかを確認します修理について Agilent に問い合わせ、Agilent サポート担当者に表示内容を伝えます（「修理の問い合わせをする前に」も参照してください）。

古い GC：LED はサイドパネルから見えます。



7 リーク検査

リーク検査のヒント 110
外部にリークがないか調べる 111
GC にリークがないか調べる 112
注入口のリーク検査を実行する 113
スプリット / スプリットレス注入口に漏れがないか調べる 117
SS 圧力封入リークテストを実行する 119

リーク検査のヒント

漏れがないか調べる場合は、外部リークポイントと GC リークポイントの 2 箇所を調べます。

- **外部リークポイント**には、ガスボンベ（またはガストラップ）、レギュレータとそのフィッティング、供給側シャットオフバルブ、および GC フィッティングへの接続部分が含まれます。
- **GC リークポイント**には、注入口、検出器、カラム接続部分、バルブ接続部分、およびフローモジュールと注入口／検出器の接続部分が含まれます。

警告 **水素（H2）は可燃性で、閉じた空間（流量計など）で空気と混ざると爆発する危険があります。必要に応じて不活性ガスで流量計をパージします。ガスは必ず別々に測定します。フレーム / ビードの自動点火を防ぐために検出器は必ずオフにします。**

警告 **有害なサンプルガスが残留している可能性があります。**

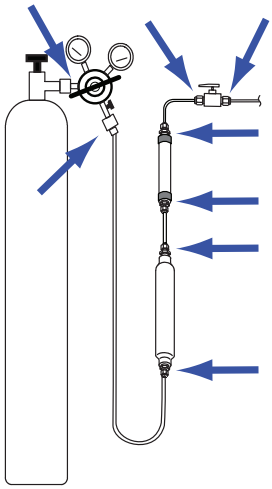
1 以下の部品を準備します。
   - キャリアガスを検出できる電子式リークディテクタ
   - Swagelok およびカラムフィッティング締め付け用 7/16 インチ、9/16 インチ、および 1/4 インチスパナ

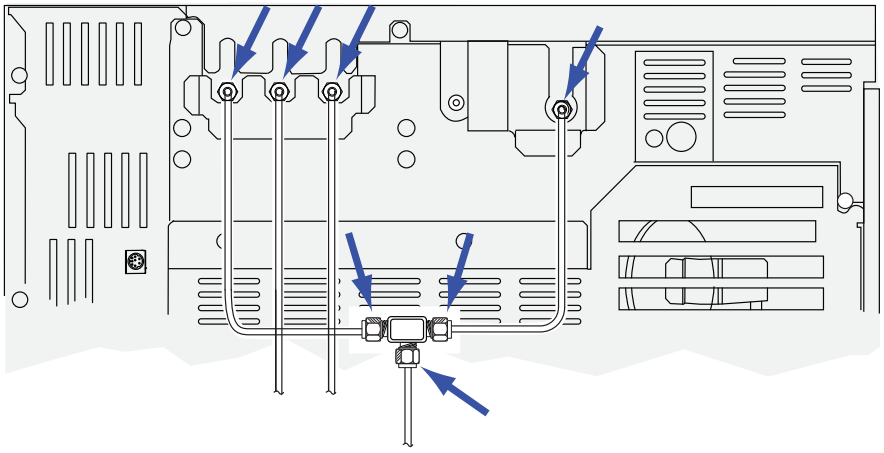
2 最近行ったメンテナンスと関連して漏れが発生する可能性のある箇所を確認します。

3 フィッティングのタイプによっては加熱サイクルによって緩むことがあるので、加熱サイクルを行った GC フィッティングと接続部分を確認します。電子式リークディテクタを使用してフィッティングに漏れがあるか調べます。
   - 最初に、新しい接続部分を確認します。
   - トラップまたはガスボンベを変更したら、ガス供給ラインの接続部分を調べることを忘れないでください。

外部にリークがないか調べる

以下の接続部分に漏れがないか調べます。





- ガス供給バルクヘッドフィッティング
- ガスボンベフィッティング
- レギュレータフィッティング
- トラップ
- シャットオフバルブ
- T- フィッティング

圧力低下テストを行います。

1 GC の電源を切ります。

2 レギュレータ圧力を 415 kPa（60 psi）に設定します。

3 レギュレータの圧力調整ノブを反時計回り（水素用以外）に目一杯回し、バルブを閉じます。

4 5 分待ちます。レギュレータに表示される圧力に測定可能な低下があった場合は、外部接続部分に漏れがあります。圧力が低下しなければ、外部接続部分に漏れがないことを示します。

GC にリークがないか調べる

以下の接続部分に漏れがないか調べます。

- 注入口セプタム、セプタムヘッド、ライナー、スプリットベン トトラップ、スプリットベントトラップライン、およびパージベントフィッティング
- 注入口、検出器、バルブ、スプリッタ、およびユニオンへのカラム接続部分
- フローモジュールから注入口、検出器、およびバルブへのフィッティング
- カラムアダプタ

まず、GC に組み込まれたリーク検査を使用して、注入口カラムフィッティング、セプタム、ライナー、スプリットベントトラップラインなどに漏れがないか確認します。“注入口のリーク検査を実行する” を参照してください。このテストで漏れが見つかったら、修復します。GC のリーク現象が解消しない場合は、考えられる他のリークポイントを調べます。

Agilent Instrument Utilities を使用している場合は、これを利用してリモートで注入口リーク検査（一部の注入口タイプ）を実行することもできます。

注入口がリーク検査に合格しても、まだ注入口に漏れが疑われる場合は、ほとんどの注入口に対して Instrument Utilities ソフトウェアを使用した圧力封入テストを実行することができます（すべての注入口に対して、マニュアルで圧力封入テストを実行することもできます）。注入口圧力封入テストに合格した注入口はどれも、漏れがないと考えられます。

- SS 圧力封入リークテストを実行する
- PP 圧力封入リーク検査を実行する

電子式リークディテクタを使用してカラム接続と配管の接続を調べます。以下も参照してください。

- スプリット / スプリットレス注入口に漏れがないか調べる

注入口のリーク検査を実行する

GC には、すべての注入口用に、リアルタイムの組み込み式リーク検査が備えられています。この検査は、注入口のメンテナンス中およびメンテナンス後に注入口の漏れを探すのに便利です。これは、完全な注入口テストほど徹底的で感度のよいものではありませんが、通常、すでに取り付けられコンフィギュレーションされたカラムに対して実行し、注入口にほとんど漏れがないことを簡単に保証できます。Agilent では、注入口メンテナンスの前後にこの検査を実行することをお勧めします。それにより、フィッティングを締めると漏れがなくなることを確認できます。検査はすべてのアプリケーションに適用できますが、中にはより強固なリーク検査を必要とするものもあります。

注入口リーク検査では、次の部分の漏れを調べます。

- 注入口のカラムフィッティング
- ゴールドシール（該当する場合）
- スプリットベントトラップのハウジング（該当する場合）
- セプタムナットとセプタム（該当する場合）
- インサートウェルドメントナット / セプタムヘッドアセンブリ（該当する場合）

検査は次のように実行します。

1 GC キーパッドで **[Service Mode]** を押し、**Front inlet leak check（フロント注入口リーク検査）**または **Back inlet leak check（バック注入口リーク検査）**までスクロールしてから、**[Enter]** を押します。

2 図 4, “フロント注入口リーク検査画面の例。この例では、検査は以前に実行されたことがあります（画面をスクロールしてすべての行を確認します）。,” 114 ページ のような画面が表示されます。

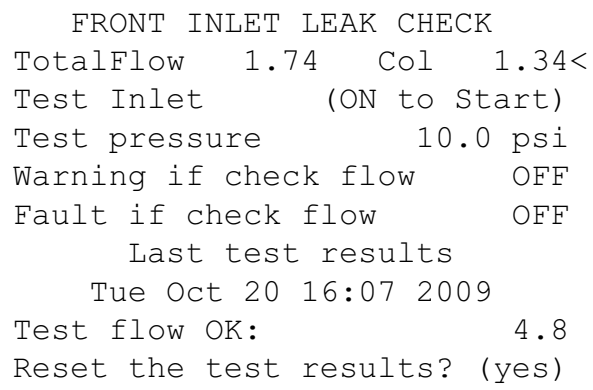


図 4 フロント注入口リーク検査画面の例。この例では、検査は以前に実行されたことがあります（画面をスクロールしてすべての行を確認します）。

3 **Test pressure（テスト圧力）**が許容範囲であることを確認します。通常、デフォルトの圧力 10 psi が適切です。場合により、異なる注入口圧力を入力します。

- 再現性のある結果を得るために、同じハードウェアには同じ値を使用します。
- 高い逆圧を示すカラムを使用している場合は、テスト圧力を上げます。

4 **Test Inlet（テスト注入口）**までスクロールし、**[On/Yes]** を押します。

5 少しすると、テストは安定します。

- **TotalFlow** 値は注入口を流れるキャリアガスのトータルフローを示します。**Col** 値は、カラムを流れる流量を示します。
- 漏れの速度の概算は、**TotalFlow - Col**（mL/min 単位）です。
- **Col** 値が **TotalFlow** 値と*ほぼ同じ*である場合は、注入口には漏れがないとみなします。

6 読み取り値をモニタしながら、フィッティングを締め、セプタムを交換し、ライナー O- リングを変更するなど、必要に応じた作業をします。修理により漏れが解消すると、**Col** 値が **TotalFlow** 値と*ほぼ*同じ値にまで減少していることを確認できます。

注記

メンテナンスを実行する前に漏れのない注入口で検査を実行していた場合、メンテナンス後のリーク検査結果は、メンテナンス前の結果とほぼ同じになるはずです。

7 それでもテストが失敗したら、以下の手順を実行します。

- セプタムを交換します。
- カラムを注入口に再度取り付けます。
- ライナーとライナーの O- リングを交換します。
- スプリットベントトラップを開いて、O- リングの座面を調べます。必要に応じて、スプリットベントトラップを交換します。

テストに問題がなく、それでも注入口の漏れが疑われる場合は、圧力封入リーク検査を実行します。以下を参照してください。

- SS 圧力封入リークテストを実行する
- PP 圧力封入リーク検査を実行する

リーク検査の警告限度を設定する

GC には、警告を発することのできる注入口リーク検査が次の 2 種類備えられています。

- **圧力検査の結果により警告** : 測定された圧力が限度を超過すると、Service Due（メンテナンス）インジケータをオンにします。
- **圧力検査の結果によりエラー**: 測定された圧力が限度を超過すると、GC Not Ready（GC ノットレディ）にします。

該当する注入口リーク検査の結果を判断し、リーク検査がエラーになった場合は、GC をノットレディ状態にするか、Service Due（メンテナンス）インジケータを設定します。1 つまたは両方の限界を設定するには、次の手順を実行します。

1 注入口には漏れがないと考えられる場合、注入口リーク検査を実行します（**TotalFlow** および **Col** の値が非常に近く、GC のクロマトグラムの結果が満足できるものである場合、注入口には漏れがないと考えられます）。

2 **TotalFlow** の結果をメモします。

3 **Warning if pressure check（圧力検査の結果により警告）**または **Fault if pressure check（圧力検査の結果によりエラー）**までスクロールします。

4 キーパッドを使用して限界値を入力し、**[Enter]** を押します。

- 許容できる TotalFlow 値より大きい流量を選択します。クロマトグラムの既知の問題に対応する値を入力することが理想です。
- 異なる値を警告限界値およびエラー限界値として設定できます。たとえば、低い限界値で警告し、高い限界値でエラーにできます。

5 必要に応じて、**Fault if pressure check（圧力検査の結果によりエラー）**を繰り返します。

6 これで検査が設定されます。

7 定期的に、再度テストを行います。テストがエラーになったら、すべての漏れを修復します。

Not Ready（ノットレディ）状態を解消したり、Service Due（サービス手数料）インジケータをオフにするには、次の手順を実行します。

1 [Service Mode] を押し、**Front inlet leak check（フロント注入口リーク検査）**または **Back inlet leak check（バック注入口リーク検査）**までスクロールしてから、[Enter] を押します。

2 **Reset the test results?（テスト結果をリセットしますか）**までスクロールし、[On/Yes] を押します。

注入口リーク検査の警告制限値を無効にする

1 [Service Mode] を押し、**Front inlet leak check（フロント注入口リーク検査）**または **Back inlet leak check（バック注入口リーク検査）**までスクロールしてから、[Enter] を押します。

2 警告制限値までスクロールし、[Off/No] を押します。

スプリット / スプリットレス注入口に漏れがないか調べる

この手順では、スプリット / スプリットレス注入口で漏れがないか調べ、これを解決する方法を説明します。注入口の現象に応じて、以下の手順に従ってください。

圧力設定値に達することができない

スプリット / スプリットレス EPC 注入口がその圧力設定値に達していないと、GC は「ノットレディ」になります。**[Status]** を押すと、フロント注入口（またはバック注入口）圧力が準備中であることを示すメッセージが表示されます。注入口が加圧もコントロールもできない場合、GC は約 5.5 分後にシャットダウンします。

最近メンテナンスを行った場合は、最初に、扱ったすべてのフィッティング / 部品に漏れがないか調べます。

1 GC に十分なガス供給圧力がかかっているか確認し、ガス供給に漏れがないことを確認します（外部にリークがないか調べるを参照してください）。注入口には、メソッドで使用する最大圧力より 10 psi（70 kPa）高い圧力が必要です。

2 トータルフロー設定を確認します。トータルフローは、分析の間中注入口の圧力が保たれるように、十分高く設定します。大径のカラムでは、より高い流量が必要です。通常は、50 mL/min で十分です。トータルフローを増やすには、次の手順を行います。

- スプリットモードの場合は、スプリット比を増やします。
- スプリットレスモードの場合は、パージ流量を増やします。

3 親指（またはセプタム）をスプリットの排気ベントにかざします。注入口圧力が設定値まで上昇を始める場合は、Agilent カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。圧力が低いままなら次のステップに進みます。

4 注入口リーク検査を実行します。“注入口のリーク検査を実行する”を参照してくださいトータルフローにより、漏れの規模がわかります。次のフィッティングを検査 / 締め付けている間、トータルフローを監視します。

- セプタムナット
- カラム
- スプリットベントトラップ /O- リング
- ライナー /O- リング
- ゴールドシール
- 注入口本体に接続するスプリットベントライン
- フローマニフォールドのフローブロックフィッティング

または、電子式リークディテクタを使用して、これらのフィッティング / 接続を調べます。

これらを調べても問題が解決しない場合は、Agilent カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。

感度低下または再現性の低下

スプリット / スプリットレス EPC 注入口の小さな漏れでも、感度低下または再現性低下の原因になることがあります。以下の手順で、小さな漏れを調べ、特定します。

最近メンテナンスを行った場合は、最初に、扱ったすべてのフィッティング / 部品に漏れがないか調べます。

1 注入口圧力封入テストを行います。“SS 圧力封入リークテストを実行する” を参照してください。テストに問題がなければ、注入口には漏れがないとみなして、感度低下または再現性低下を引き起こしている可能性があるその他の原因を調べます。

2 圧力封入テストに失敗したら、注入口リーク検査を行います。“注入口のリーク検査を実行する” を参照してください次のフィッティングを検査 / 締め付けている間、トータルフローを監視します。

- セプタムナット
- カラム
- スプリットベントトラップ
- ライナー /O- リング
- ゴールドシール
- 注入口本体に接続するスプリットベントライン
- フローマニフォールドのフローブロックフィッティング

3 注入口（プレラン）リーク検査でも問題が解決されなかった場合は、漏れが非常に小さくて、このテストでは検出できなかった可能性があります。電子式リークディテクタを使用して、これらのフィッティング / 接続を調べます。

これらを調べても問題が解決しない場合は、Agilent カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。

SS 圧力封入リークテストを実行する

Agilent Instrument Utilities のスプリット / スプリットレス注入口圧力封入テストを使用して、注入口に漏れがあるか判断します。ソフトウェアを開き、GC を選択して、注入口のテストを実行します。注入口のリーク検査を実行すると「SS スプリットベント抵抗テストを実行する」を参照してください。

Instrument Utilities ソフトウェアが使用できない場合、『アドバンスドユーザーガイド』の手順を参照してください。

テストが失敗したら、以下の手順を実行します。

- 「スプリット / スプリットレス注入口に漏れがないか調べる」を参照してください。
- カラムフィッティングとセプタムパージのキャップに詰まりがないか調べます。

PP 圧力封入リーク検査を実行する

Agilent Instrument Utilities のパージ付きパックド注入口圧力封入テストを使用して、注入口に漏れがあるか判断します。ソフトウェアを開き、GC を選択して、注入口のテストを実行します。

Instrument Utilities ソフトウェアが使用できない場合、『アドバンスドユーザーガイド』の手順を参照してください。

テストが失敗したら、以下の手順を実行します。

- セプタムナット /Merlin キャップを締めます。
- セプタムまたは Merlin マイクロシールを交換します。
- トップインサートウェルドメントを締めます。ライナーを交換します。
- O- リングを交換し、カラムアダプタの接続を締めます。必要に応じて再度取り付けます。
- カラムフィッティングとセプタムパージのキャップに詰まりがないか調べます。

8 トラブルシューティング作業

カラム流量の測定 122
スプリットベントまたはセプタムパージ流量の測定 126
検出器流量を測定する 127
GC セルフテストの実行 132
スプリットベントラインの逆圧を確認またはモニタする 133
注入口トラップ確認の実行 136
SS スプリットベント制限テストを実行する 138
FID 点火オフセットの調整 139
FID フレーム点火の確認 140
点火シーケンス時の FID イグナイタ機能の確認 141
FID オフセット値の測定 142
FID ベースラインシグナルの測定 143
FID ノイズの原因を特定する 144
NPD オフセット値の測定 145
FID ジェットの詰まりを調べる 146
NPD ジェットの詰まりを調べる 147
NPD ビードの点火の確認 148
FPD フレームが点火していることを確認する 149
FPD Lit オフセットを調整する 150
ガストラップを交換する時期 151
スプリットベントラインに汚染がないか調べる 152
デバイスのレディ状態を無視する 154

カラム流量の測定

FID、TCD、μECD、および FPD のカラム流量の測定

以下の手順で、FID、TCD、μECD、および FPD を使用したカラム流量を測定することができます。

警告 **水素（H2）は可燃性で、閉じた空間（流量計など）で空気と混ざると爆発する危険があります。必要に応じて不活性ガスで流量計をパージします。ガスは必ず別々に測定します。フレーム / ビードの自動点火を防ぐために検出器は必ずオフにします。**

警告 **注意してください。検出器は高温になっていて、やけどの原因となる恐れがあります。検出器が高温になっている場合は、耐熱手袋を着用して手を保護してください。**

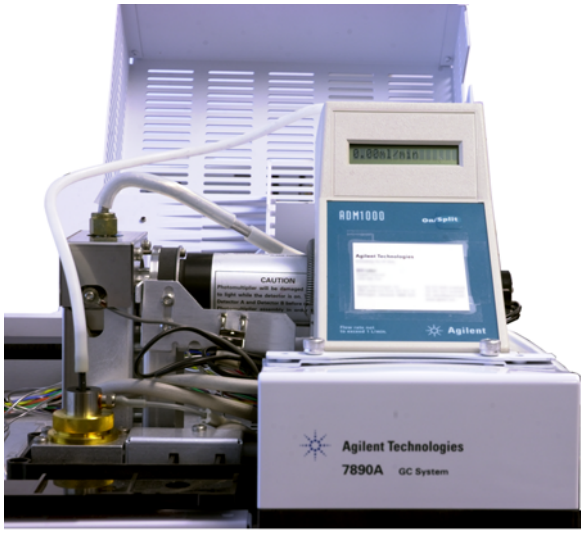
1 以下の部品を準備します。
   - 適切な流量計アダプタチューブ（GC 出荷キットに同梱）
   - 測定するガスと流量範囲がキャリブレーションされている電子式流量計
2 検出器をオフにします。
3 検出器の流量をオフにします。
4 適切なアダプタを検出器の出口に取り付けます。

注記 **流量計チューブの直径はモデルにより異なります。必要に応じて、流量計チューブに接続するアダプタを調整してください。**

1/8 インチ（3 mm）ゴム製アダプタチューブは ìECD または TCD 排気ベントに直接取り付けます。

FID には別のアダプタ（19301-60660）を使用します。検出器の出口にアダプタをできるだけ深く差し込みます。アダプタの O- リングを検出器出口に押し込むと、抵抗を感じます。挿入時にはアダプタをねじ込んで、きちんとシールされるようにします。

FPD に対しては、FPD 排出口から延びているプラスチック製チューブを取り外し、流量計を直接 FPD ベントチューブに接続します。必要に応じて、検出器排出口と流量計チューブの間に 1/4 インチ（6 mm）チューブアダプタを使用します。



5　流量計アダプタに流量計を取り付けて、流量を測定します。

NPD カラム流量の測定

1 以下の部品を準備します。

- NPD 流量計アダプタツール（G1534-60640）

- 流量測定アダプタ（19301-60660）
- 測定するガスと流量範囲がキャリブレーションされている電子式流量計

2 ビード電圧を 0.0 V に設定します。

3 NPD を 100 ℃になるまで冷却します。

警告

注意してください。検出器は高温になっていて、やけどの原因となる恐れがあります。検出器が高温になっている場合は、耐熱手袋を着用して手を保護してください。

4 ビードを取り外し、再度取り付けるまで注意して保管します。

5 NPD 流量計アダプタツールを NPD コレクタに差し込みます。

6 流量測定アダプタを NPD 流量計アダプタツールに取り付けます。

7　流量計チューブを流量測定インサートの上に配置し、流量測定を開始します。

スプリットベントまたはセプタムパージ流量の測定

GC に表示される流量は、25 ℃および 1 気圧にキャリブレーションされています。流量計の結果をこれにあわせて修正してください。

警告

水素（H2）は可燃性で、閉じた空間（流量計など）で空気と混ざると爆発する危険があります。必要に応じて不活性ガスで流量計をパージします。ガスは必ず別々に測定します。フレーム / ビードの自動点火を防ぐために検出器は必ずオフにします。

セプタムパージおよびスプリットベントフローは GC 背面の上部にあるニューマティックモジュールを通って排出されます。以下の図を参照してください。

スプリットベントまたはセプタムパージ流量を測定するには、流量計を適切なチューブに取り付けます。GC カバーを取り外し、バック注入口ベントが見えるようにします。

- スプリットベントには 1/8 インチ（3 mm）Swagelok フィッティングが付属しています。以下に示したように 1/8 インチ(3 mm)チューブアダプタを製作して使用し、1/8 インチ（3 mm）フィッティングを 1/8 インチ（3 mm）チューブに変換します。これによって、不正確な測定結果の原因となる、流量計のゴム製チューブがねじ山付近から漏れることを防ぐことができます。

- セプタムパージとは 1/8 インチのチューブのことです。図示されているような赤いゴム製アダプタを使用して、流量を測定します。

検出器流量を測定する

検出器、特にフレームのある検出器が正しく機能するには、正確な流量測定が必要です。次のような原因で誤った流量が測定されます。

- 供給ラインの抵抗。これにより GC 画面に **Not Ready（ノットレディ）**メッセージが表示されます（すべての検出器）。
- カラムまたはカラムアダプタフィッティングの漏れ（すべての検出器）
- ジェットの詰まり（FID、NPD）
- バーナーチャンバ、ウィンドウシール、またはイグナイタシールでの漏れ（FPD）
- 0 にする必要のある圧力センサー（「To Zero the EPC Module Pressure Sensor」を参照してください）
- 正しく動作していない EPC バルブ

問題を特定するには、**1 つのガスの経路**でのフローを、実際の流量と比較します。

FID、TCD、μECD、および FPD 流量の測定

警告　**水素（H2）は可燃性で、閉じた空間（流量計など）で空気と混ざると爆発する危険があります。必要に応じて不活性ガスで流量計をパージします。ガスは必ず別々に測定します。フレーム / ビードの自動点火を防ぐために検出器は必ずオフにします。**

1 以下の部品を準備します。
   - 適切な流量計アダプタチューブ（GC 出荷キットに同梱）
   - 測定するガスと流量範囲がキャリブレーションされている電子式流量計

注意　**カラムを損傷させないように、オーブンの温度を下げてからカラム流量をオフにします。**

2 オーブンの温度を室温（35 ℃）に設定します。
3 カラムのフローと圧力をオフにします。
4 検知器のガスをすべて止めます。
5 該当する場合、FID フレーム、FPD フレーム、および TCD フィラメントをオフにします。

6 検出器を冷却します。

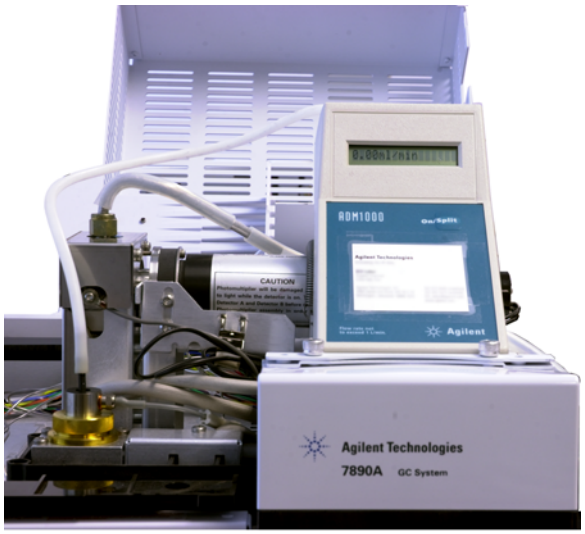
7 適切なアダプタを検出器の出口に取り付けます。

注記 **流量計チューブの直径はモデルにより異なります。必要に応じて、流量計チューブに接続するアダプタを調整してください。**

ゴム製アダプタチューブは ìECD または TCD 排気ベントに直接取り付けます。

FID には別のアダプタ（19301-60660）を使用します。検出器の出口にアダプタをできるだけ深く差し込みます。アダプタの O- リングを検出器出口に押し込むと、抵抗を感じます。挿入時にはアダプタをねじ込んで、きちんとシールされるようにします。

FPD に対しては、FPD 排出口から延びているプラスチック製チューブを取り外し、流量計を直接 FPD ベントチューブに接続します。必要に応じて、検出器排出口と流量計チューブの間に 1/4 インチ（6 mm）チューブアダプタを使用します。



8　流量計アダプタに流量計を取り付けます。

9　それぞれのガスの実際の流量を、1 種類ずつ測定します。

NPD 流量の測定

1 以下の部品を準備します。

- NPD 流量計アダプタツール（G1534-60640）

- 流量測定アダプタ（19301-60660）
- 測定するガスと流量範囲がキャリブレーションされている電子式流量計

2 ビード電圧を 0.0 V に設定します。

3 NPD を 100 ℃になるまで冷却します。

警告

注意してください。検出器は高温になっていて、やけどの原因となる恐れがあります。検出器が高温になっている場合は、耐熱手袋を着用して手を保護してください。

4 ビードを取り外し、再度取り付けるまで注意して保管します。

5 NPD 流量計アダプタツールを NPD コレクタに差し込みます。

6 流量測定アダプタを NPD 流量計アダプタツールに取り付けます。

7　流量計チューブを流量測定インサートの上に配置し、流量測定を開始します。

GC セルフテストの実行

1 GC をオフにします。

2 1 分待ってから、GC をもう一度オンにします。GC がセルフテストをクリアすると、GC ステータスメイン画面が表示されます。

スプリットベントラインの逆圧を確認またはモニタする

Agilent では、スプリット / スプリットレス注入口のスプリットベントトラップおよびラインの逆圧を測定する組み込み式のテストを提供しています。テストでは、スプリットベント流路で、ユーザーが選択した指定された流量における圧力の増加を測定します。この流量には、使用しているメソッドの**スプリット流量**設定値や、「一般的な」値と比較するために Agilent が使用するデフォルトの 400 mL/min などを設定できます。

汚染のないシステムでこのテストを実行することにより、スプリットベントラインにおける逆圧として期待される値のベースラインを構築できます。また、定期的に再度テストを実行して、トラップを交換しなくてもクロマトグラフィに影響がないかどうか判断できます。

テストにより測定される圧力は、次の条件により異なります。

- 取り付けられているライナー
- 使用する流量

そのため、測定される実際の値は、設定値および各 GC によりさまざまです。

テストにより、以下の内容が確認されます。

- ライナーの抵抗
- ゴールドシールの汚染（スプリット / スプリットレス注入口のみ）
- スプリットベントラインの抵抗。スプリットベントラインおよびトラップの、凝縮されたサンプルによる汚染など

テストにより、取り付けられているハードウェアの適合性も測定できます。使用しているメソッドの設定値およびハードウェアを使用してテストを実行します。測定されたテスト圧力が必要なカラムヘッド圧力に近ければ、スプリットベントラインに少しでも抵抗があると GC がノットレディになる原因になる可能性があります。別のライナーを取り付けるか、またはメソッドを調整します（スプリットレスライナーの場合は、最初にライナーの再取り付けを試みます。スプリットレスライナーによる逆圧はスプリットライナーによるものより大きいため、ヘッド圧が低い場合はわずかな向きの変化により異なる結果になる場合があります)。

注入口トラップ検査の警告限界値を設定する

注入口トラップ検査を使用してスプリットベントトラップを監視するには、以下の手順を実行します。

1 既存のスプリットベントトラップですでに多くのサンプル注入を行っている場合は、これを交換します。GC がクリーンであることを確認します。

- 必要に応じて、注入口ハードウェアを交換します。
- スプリットベントラインに汚染や抵抗がないか確認します。

2 注入口トラップ検査を実行します。“注入口トラップ確認の実行”を参照してください。

3 圧力をメモします。この読み取り値が、クリーンなシステムにライナーを取り付けた場合に期待できる逆圧です。

4 実際のスプリットベント逆圧限界値を決めます。

GC を通常通り使用します。定期的に注入口トラップ検査を再度実行します。次のいずれかの場合には、スプリットベントトラップを交換する必要があります。

- スプリットベントの抵抗に関連したクロマトグラフの問題が起きる場合。たとえば、スプリットモード領域の再現性が低い、など
- 報告されるテスト圧力が、メソッドのカラムヘッド圧設定値に近づく、または越える場合。

注入口トラップ検査を実行し、圧力をメモします。スプリットベントトラップを交換します。

5 必要に応じて、警告限界値および動作を設定します。

これで、トラップの交換が必要な時期がわかるため、テストに 1 つあるいは 2 つの限界値を設定できます。これらの限界値を使用してサービス手数料インジケータを設定したり、GC をノットレディ状態にします。限界値は以下の 2 つです。

- **圧力検査の結果により警告** ： 測定された圧力が限度を超過すると、サービス手数料インジケータをオンにします。
- **圧力検査の結果によりエラー**: 測定された圧力が限度を超過すると、GC Not Ready（GC ノットレディ）にします。

警告限界値の設定

a **[Service Mode]** を押し、**Front inlet trap check（フロント注入口トラップ検査）**または **Back inlet trap check（バック注入口トラップ検査）**までスクロールしてから、**[Enter]** を押します。

b 設定したい限界値までスクロールします。

c キーパッドを使用して限界値を入力し、**[Enter]** を押します

（警告を無効にするには、選択してから **[Off/No]** を押します）。

これで検査が設定されます。

6 定期的に、再度テストを行います。テストがエラーになったら、スプリットベントトラップを交換します。

Not Ready（ノットレディ）状態を解消したり、Service Due（サービス手数料）インジケータをオフにするには、次の手順を実行します。

1 [Service Mode] を押し、**Front inlet trap check（フロント注入口トラップ検査）**または **Back inlet trap check（バック注入口トラップ検査）**までスクロールしてから、[Enter] を押します。

2 **Reset the test results?（テスト結果をリセットしますか）**までスクロールし、[On/Yes] を押します。

注入口トラップ検査の警告限界値を無効にする

1 [Service Mode] を押し、**Front inlet trap check（フロント注入口トラップ検査）**または **Back inlet trap check（バック注入口トラップ検査）**までスクロールしてから、[Enter] を押します。

2 警告までスクロールし、[Off/No] を押します。

注入口トラップ確認の実行

ソフトウェアキーパッド（リモートコントローラ）から、次の手順を実行します。

1 **[Service Mode]** を押し、**Front inlet trap check（フロント注入口トラップ検査）**または **Back inlet trap check（バック注入口トラップ検査）**までスクロールしてから、**[Enter]** を押します。図 5, “フロント注入口トラップ検査画面の例。この例では、検査は以前に実行されたことがあります（画面をスクロールしてすべての行を確認します）。,” 136 ページ のような画面が表示されます。

```
   FRONT INLET TRAP CHECK
Inlet Pressure       5.471 psi<
Test Inlet       (ON to Start)
Test flow rate       400mL/min
Warning if pressure check OFF
Fault if pressure check   OFF
      Last test results
    Tue Oct 20 16:07 2009
Test pressure OK:          4.8
Reset the test results? (yes)
```

図 5 フロント注入口トラップ検査画面の例。この例では、検査は以前に実行されたことがあります（画面をスクロールしてすべての行を確認します）。

2 **Test flow rate（テスト流量）**までスクロールし、流量を入力します。このテストで一般的な流量は 400 mL/min ですが、設定によっては異なる値の方が適している場合もあります。

3 **Test Inlet（テスト注入口）**までスクロールし、**[On/Yes]** を押してテストを開始します。

4 圧力が安定するまで待ちます。安定したら、ディスプレイの **Test Inle（テスト注入口）**行が **Test pressure OK x.xx（テスト圧力 OK）**に変わります。ここで x.xx は現在の圧力です。

注入口がテスト設定値に達しない場合は、注入口、スプリットベントトラップ、またはスプリットベントラインで漏れがないか、または供給ガス圧が低下していないか確認します。

5 表示された **Inlet Pressure（注入口圧力）**をメモします。測定された圧力が設定した限界値のいずれかを超過した場合、GC はそれに対応します。“スプリットベントラインの逆圧を確認またはモニタする” を参照してください。

スプリットレスライナーの圧力が、クリーンなシステムとしては異常に高いと感じられる場合は、ライナーを再度取り付けてください。

クリーンなシステムでの圧力が、この範囲内にはあるけれどもメソッドの動作圧力に近い場合は、ハードウェアまたはメソッドの変更を検討します。「スプリット注入口の設定圧力を維持できず、圧力が上昇する」も参照してください。

6　テストを停止するには、**[Off/No]** を押します。

注記

最新の検査結果がディスプレイの下部に表示されます。下にスクロールして確認してください。

Not Ready（ノットレディ）状態を解消したり、Service Due（サービス手数料）インジケータをオフにするには、**Reset the test results?（テスト結果をリセットしますか）** までスクロールし、**[On/Yes]** を押します。

SS スプリットベント制限テストを実行する

Agilent Instrument Utilities スプリットベント抵抗テストを使用して、スプリットベント流路に異常な抵抗があるかどうか判断します。ソフトウェアを開き、GC を選択して、注入口のテストを実行します

テストが失敗したら、以下の手順を実行します。

- 使用されているライナーを調べます。Agilent では、スプリット分析には低圧力損失ライナー（部品番号 5183-4647）の使用をお勧めします。
- スプリットベントトラップフィルタを交換します。
- ゴールドシールを検査して、交換します。低圧力損失ライナーを使用していない場合は、高流量ゴールドシール（部品番号 5182-9652）の取り付けを検討します。

問題が残る場合は、Agilent カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。

FID 点火オフセットの調整

FID **Lit Offset（点火オフセット）**を調整するには、以下の手順を実行します。

1 **[Config]** を押します。

2 **Front detector（フロント検出器）**または **Back detector（バック検出器）**（検出器が取り付けられている所）までスクロールし、**[Enter]** を押します。

3 **Lit Offset（点火オフセット）**までスクロールします。**Lit Offset（点火オフセット）**にカーソルを合わせた状態で、新しいオフセット値を入力し、**[Enter]** を押します。

4 点火オフセットは 2.0 pA 以下か、または FID 点火後の通常のシグナル値よりも低い値を設定します。

FID フレーム点火の確認

キャッスルの上に鏡などをかざして FID フレームが点火していることを確認します。水蒸気でくもりが生じれば、フレームが点火していることを示します。

通常、FID 点火時のシグナルは 5.0 ～ 20.0 pA で、点火していない時は 2.0 pA 未満です。

フレームが点火しない場合は、以下の手順を実行します。

- 検出器の温度が 150 ℃より高いことを確認します。Agilent では、300 ℃以上で FID を動作させることを推奨しています。
- 正しい検出器流量であることを確認します。
- ジェットに汚染がないか検査します。
- ジェットが正しく取り付けられていることを確認します。
- カラム接続部の漏れをチェックします。

点火シーケンス時の FID イグナイタ機能の確認

警告　**この作業を行っている間は、顔や手を FID 上部から十分に離して安全を保ちます。FID の水素炎は見えません。**

1　検出器の上部カバーを取り外します。

2　FID フレームを**オン**にします。

3　FID 上部よりイグナイタプラグを観察します。点火シーケンスではイグナイタが点灯しなければなりません。

FID オフセット値の測定

1 分析メソッドを読み込みます。

- ガス流量が点火条件を満たしていることを確認します。
- 検出器を通常のメソッド条件温度または 300 ℃まで加熱します。

2 FID フレームをオフにします。

3 **[Front Det（フロント検出器）]** または **[Back Det（バック検出 器）]** を押し、スクロールして **Output（出力）** に移動します。

4 出力が 1.0 pA 未満で安定していることを確認します。

出力が不安定な場合、または 1.0 pA を超えている場合は、GC をオフにして上部 FID 部品が適切に組み立てられているか、また汚染がないか調べます。汚染が検出器に限定されている場合は、FID を焼き出しします。

5 フレームを点火します。

FID ベースラインシグナルの測定

1 カラムを取り付けた状態で、チェックアウトメソッドを読み込みます。

2 オーブンの温度を 35 ℃に設定します。

3 **[Front Det（フロント検出器）]** または **[Back Det（バック検出 器）]** を押し、スクロールして **Output（出力）** に移動します。

4 フレームが点火して GC がレディになったら、出力が 20 pA 未満で安定していることを確認します（しばらく時間がかかることがあります）。

5 ベースラインシグナル値が不安定な場合、または 20 pA を超 えている場合は、システムまたはガスが汚染されている可能性があります。汚染が検出器に限定されている場合は、FID を焼き出しします

FID ノイズの原因を特定する

FID ノイズは、機械的、電気的、また化学的要素により発生します。FID ノイズは、主観的パラメータです。多くの場合、FID ベースラインノイズは、問題にしている検知器の今までの状況、または実験室にある他の検出器との比較により認識されます。ノイズを正しく診断するため、既知の基準に照らし合わせた文書通りの条件下で検出器のノイズを評価することが重要です。ノイズについての詳細は、「うねり、ドリフト、ベースラインスパイク等の検出器ノイズ」を参照してください。

検出器をトラブルシューティングする前に、お使いの Agilent データシステムを利用してノイズテストを実行します。検出器がノイズテストに不合格の場合は、次のように原因をトラブルシューティングします。

FID ノイズの原因を特定するには

1 ノイズテストに失敗したら、カラムを取り外し、FID を密栓し再点火した状態で、H2/ 空気およびメークアップ検出器ガスのみを使用して、検出器ノイズを再度評価します。これに合格したら、カラム / キャリアガスの汚染が疑われます。

2 カラムを取り付けない状態でテストに失敗したら、H2 と空気のみで、メークアップ流量は「オフ」に設定してノイズテストを繰り返します。これで問題がなければ、メークアップガスの汚染が疑われます。

3 漏れ電流テストに問題がなければ、特に点火時の検出器のバックグラウンドが 20 pA より大きい場合、ジェットの汚染か、H2 または空気検出器ガス供給（ガス、チューブ、トラップ）の汚染が疑われます。

NPD オフセット値の測定

1 分析メソッドを読み込みます。

2 **NPD Adjust Offset（NPD オフセットの調整）**を **Off（オフ）**に、**Bead Voltage（ビード電圧）**を **0.00 V** に設定します。

- NPD を分析条件の温度で放置します。
- 流量はオンまたはオフのままにします。

3 **[Front Det（フロント検出器）]** または **[Back Det（バック検出 器）]** を押し、スクロールして **Output（出力）**に移動します。

4 シグナル（オフセット値）が 1.0 pA 未満で安定していることを確認します。

5 シグナルは徐々に 0.0 pA に向かって下がり、0.1 ～ 0.3 pA 程度で安定しなければなりません。電流が 2.0 pA を超える場合、問題があることを示します。

FID ジェットの詰まりを調べる

FID の点火に問題がある場合のもっとも一般的な原因は、ジェットまたはジェットの一部の詰まりです。ジェットが完全に詰まっているわけではなくフレームがまだ点火する場合、二次的現象としてピークリテンションタイムが伸びます。ジェットの詰まりは、膜厚 / 高ブリードカラム、またはパックドカラムを使用する高温のアプリケーションで頻繁に発生します。カラムオーブンはカラムの温度制限内で操作し、FID は GC メソッドのオーブン最高温度より少なくとも 20 ℃以上高温で操作するのが最良の方法です。FID ジェットが詰まり始めると、H2、メークアップ、およびキャピラリの実際のキャリアガス流量が GC が示す値より低くなります。

FID ジェットの詰まりを調べるには

1 カラムは FID に取り付けたままにします。すでに取り外されている場合は、オーブン内の検出器カラムフィッティングのキャップを外します（カラムを取り付けたままにしておくと、カラムの取り付け位置が高すぎてオリフィスが詰まっているのかどうか、調べることができます）。

2 メークアップ流量を「オフ」にします。実際のメークアップ流量を示す GC 画面の表示が 0.0 mL/min であることを確認します。

3 水素流量を 75 mL/minute に設定します（この流量設定に達するため必要に応じて H2 の供給圧力を増やします）。

4 メークアップ流量の「実際の」表示を監視します。

   メークアップ流量が 1.0 mL/min を超える値を示す場合、これはジェットまたはジェットの一部が詰まっていることを表します。圧力が H2 の経路から EPC システムのメークアップ経路に逆流するため、メークアップ経路での流量表示に誤りが出るためです。

または、ジェットをハウジングから取り外し、光源にかざします。ジェットの穴に汚染がないか調べます。詰まっている場合、ジェットを交換します。

NPD ジェットの詰まりを調べる

検出器の EPC モジュールでは、決められた抵抗に対するガス圧力の較正を維持してフローをコントロールします。ジェットが詰まると、フロー表示が不正確になります。

NPD ジェットの詰まりを調べるには、水素およびメークアップの実際のフローを測定します（「NPD 流量の測定」を参照してください）。表示されている値よりフローが低い場合は、ジェットを交換します。

NPD ビードの点火の確認

警告 **高温の排気に注意してください。検出器の排気は高温で、やけどの原因になることがあります。**

ビードが点火していることを確認するには、検出器リッドのベントホールから中を覗いて、ビードがオレンジ色に点灯していることを目視で確認します。

NPD シグナルはオフセットの調整プロセスの一部としてオペレータが設定します。通常は、5.0 ～ 50.0 pA になります。

FPD フレームが点火していることを確認する

FPD フレームが点火していることを確認するには、以下の手順を実行します。

1 検出器ベントからプラスチック製ベントチューブを取り外します。

2 アルミ製排気チューブ付近に鏡または反射面をかざします。水蒸気でくもりが生じていれば、フレームが点火していることを意味します。

FPD Lit オフセットを調整する

FPD **Lit Offset (Lit オフセット)** を調整するには、以下の手順を実行します。

1 **[Config]** を押します。

2 **Front detector (フロント検出器)** または **Back detector (バック検出器)** (検出器が取り付けられている所) までスクロールし、**[Enter]** を押します。

3 **Lit Offset (点火オフセット)** までスクロールします。**Lit Offset (Lit オフセット)** 行が強調表示された状態で、FPD の新しいパラメータ (通常は 2.0 pA) を入力し、**[Enter]** を押します。

ガストラップを交換する時期

Agilent では、不純物が GC システムに混入し、汚染したりカラムを破損しないように、ガスラインではトラップを使用することを強くお勧めします。トラップには、酸素や水蒸気、または炭化水素などを取り除くことだけを目的にしたものもありますが、コンビネーショントラップはすべての汚染を取り除きます。

トラップを交換する時期を知る最良の方法は、指示トラップを使用することです。これは、高容量トラップの後に設置します。Agilent では、ガラス製指示トラップの使用をお勧めします。ガラス製トラップの透明なチューブなら、特定の汚染に反応した色の変化をはっきり見ることができます。この色の変化により、トラップを交換する時期がわかります。

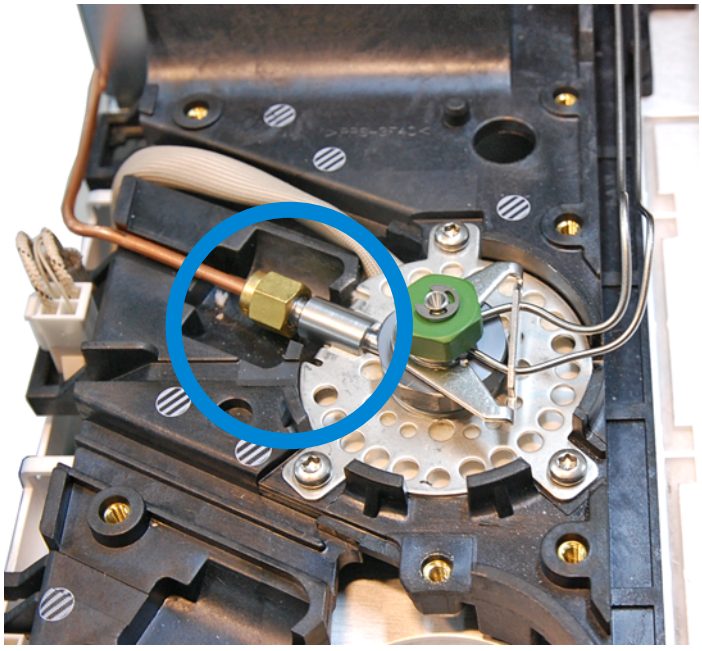
指示トラップを使用していない場合は、製造元が推奨する交換頻度に従います。通常製造元は、あるトラップが純化できるガスボンベの数を指定しています。場合により、簡単な計算を行ってトラップの交換時期を見積もることができます。次の図はその例です。標準の「K」サイズボンベに、純度 99.995% の He が 7,800 L 入っています。残りの 0.005% が酸素であるという最悪のシナリオの場合、39 mL または約 56 mg の O2 がタンク内にあることになります。たとえば Agilent の OT3 酸素トラップは、600 mg O2 の容量があります。つまり、OT3 トラップは 10 ボンベごとに交換の必要があります。これは大まかな見積もりにすぎません。トラップの交換が遅れないよう早めに行うように心がけてください。

スプリットベントラインに汚染がないか調べる

警告 **注意してください。オーブンや注入口、検出器は高温になっていて、やけどの原因となる恐れがあります。オーブンや注入口、または検出器が高温になっている場合は、耐熱手袋を着用して手を保護してください。**

1 以下の部品を準備します。
   - 7/16 インチ（1.111 cm）スパナ
   - 注入口が高温の場合、耐熱手袋
   - クリーニング用ブラシ

2 銅製スプリットベントラインを注入ポートにシールしている 1/8 インチ（3 mm）Swagelok ナットを緩めます。



3 1/8 インチ（3 mm）銅製スプリットラインに凝縮されたサンプルがないか検査します。銅製スプリットベントラインをフラッシュまたは交換します。

4 セプタムヘッドを取り外します。

5 外郭ウェルドメントのスプリットチューブフィッティングに閉塞がないか調べます。ブラシと適切な溶媒でスプリットチューブをクリーニングします。

6 スプリット / スプリットレス注入口を組み立てて、スプリットベント流路に抵抗がないかテストするスプリットベント抵抗テストを実行します。注入口がまだ不合格の場合は、フローモジュールの汚染または不良が疑われます。

デバイスのレディ状態を無視する

デフォルトでは、GC はコンフィグレーションされているすべてのデバイス（注入口、検出器、バルブボックスヒーター、バルブ、オーブンヒーター、EPC モジュールなど）のステータスを監視し、それらがすべて設定値に達するとレディになります。これらのデバイスのいずれかに問題があることを検知すると、GC はレディにならないか、またはシャットダウン状態になって、GC を保護し、または安全上の問題を防ぎます。ただし、場合によっては、デバイスがレディ状態にならなくても分析を開始したいことがあります。たとえば、注入口または検出器ヒーターに不具合があるような場合です。通常、このようなエラーがあれば GC はレディにならず、分析も開始されませんが、GC がこの問題を無視するように設定すれば、デバイスの修理が完了する前でも他の注入口や検出器を使用することができます。

すべてのデバイスを無視できるわけではありません。レディ状態を無視できるのは、検出器、オーブン、または EPC モジュールです。他のデバイスまたはコンポーネント（スイッチングバルブやオートサンプラのような注入デバイスなど）のレディ状態を無視することはできません。

デバイスの状態を無視するには、次の手順を実行します。

1 該当するデバイスのヒーターやガス流量をオフにします（安全上の問題がないことを確認してください）。

2 **[Config]** を押してから、エレメントを選択します。

3 **Ignore Ready（レディ状態を無視）**までスクロールし、**[On/Yes]** を押して **True（真）**に設定します。

これで、デバイスを修理する前でも GC を利用することができます。

注意

もし設定値に到達しなくてもよい場合を除いては、使用するデバイスのレディ状態は無視しないようにしてください。

破損したデバイスの修理が完了したら、必ず Ignore Ready（レディ状態を無視）= False（偽）に戻してください。戻さないと、このデバイスを分析に使用している場合でも、デバイスの状態（温度、フロー、圧力など）が無視され続けます。

デバイスのレディ状態を調べるには、**Ignore Ready（レディ状態を無視）**を **False（偽）**に設定します。